

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2001 年 9 月 20 日 (20.09.2001)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 01/68551 A1

- (51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C04B 35/00 [JP/JP]: 〒501-0695 岐阜県掛斐郡掛斐川町北方1-1 イビデン株式会社内 Gifu (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP01/01941
- (22) 国際出願日: 2001 年 3 月 13 日 (13.03.2001) (74) 代理人: 安富康男, 外(YASUTOMI, Yasuo et al.); 〒532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島5丁目4番20号 中央ビル Osaka (JP).
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語 (81) 指定国 (国内): US.
- (30) 優先権データ: 特願2000-69018 2000 年 3 月 13 日 (13.03.2000) JP (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): イビデン株式会社 (IBIDEN CO., LTD.) [JP/JP]; 〒503-0917 岐阜県大垣市神田町2丁目1番地 Gifu (JP). 添付公開書類:  
— 国際調査報告書 —
- (72) 発明者; および 2文字コード及び他の略語については、定期発行される
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 平松靖二 (HIRAMATSU, Yasuji) [JP/JP]. 伊藤康隆 (ITO, Yasutaka) 各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: CERAMIC SUBSTRATE

(54) 発明の名称: セラミック基板

(57) Abstract: A ceramic substrate excellent in temperature increase characteristics, breakdown voltage at high temperature, and Young's modulus and most suitable as a substrate for a semiconductor device production/inspection apparatus. A conductor is formed on or inside the ceramic substrate. The ceramic substrate is characterized in that the leak is less than  $10^{-7}$  Pa  $m^3$ /sec (He) when measured by a helium detector.

(57) 要約:

本発明は、昇温特性や、高温での耐電圧やヤング率に優れる、半導体製造・検査装置用の基板として最適なセラミック基板を提供することを目的とするものであり、本発明のセラミック基板は、セラミック基板の表面または内部に導電体が形成されてなるセラミック基板において、上記セラミック基板は、ヘリウムリークディテクタによる測定で  $10^{-7}$  Pa  $\cdot$  m<sup>3</sup>/sec (He) 以下のリーク量であることを特徴とする。

WO 01/68551 A1

**THIS PAGE BLANK (USPTO**

## 明細書

## セラミック基板

## 技術分野

- 5 本発明は、主に半導体産業において使用されるセラミック基板に関し、特に、耐電圧が高く、静電チャックに使用した場合には半導体ウエハの吸着能力に優れるとともに、ホットプレート（ヒータ）として使用した場合には昇温降温特性にも優れるセラミック基板に関する。

## 10 背景技術

半導体は種々の産業において必要とされる極めて重要な製品であり、半導体チップは、例えば、シリコン単結晶を所定の厚さにスライスしてシリコンウエハを作製した後、このシリコンウエハに複数の集積回路等を形成することにより製造される。

- 15 この半導体チップの製造工程においては、静電チャック上に載置したシリコンウエハに、エッチング、CVD等の種々の処理を施して、導体回路や素子等を形成する。その際に、デポジション用ガス、エッチング用ガス等として腐食性のガスを使用するため、これらのガスによる腐食から静電電極層を保護する必要があるため、また、吸着力を誘起する必要があるため、静電電極層は、通常、セラミック
- 20 誘電体膜等により被覆されている。

このセラミック誘電体膜として、従来から窒化物セラミックが使用されているが、例えば、特開平5-8140号公報には、窒化アルミニウム等の窒化物を使用した静電チャックが開示されている。また、特開平9-48668号公報には、A1-O-N構造を持つカーボン含有窒化アルミニウムを開示している。

25

## 発明の要約

ところが、これらのセラミックを使用した静電チャックは、昇温降温特性が充分ではなく、また、高温で耐電圧が低下したり、ヤング率が低下して反りが発生したりするという問題を抱えていた。

このような問題は、静電チャックに限らず、ホットプレートやウエハプローバ等のセラミック基板の表面または内部に導体が形成されている半導体製造・検査用セラミック基板に見られることが判った。

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究した結果、このようなセラミック基板の昇温降温特性や耐電圧およびヤング率低下等の原因が、焼結性が不  
5 ミック基板の昇温降温特性や耐電圧およびヤング率低下等の原因が、焼結性が不  
充分であるためであることを知見し、その焼結の程度を、ヘリウムリークディテ  
クタによる測定で  $10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec} (\text{He})$  以下のリーク量になるように  
調整することで、上記の問題を解決することができることを新規に知見した。具  
体的には、窒化物セラミックの原料粒子の表面を最初に酸化しておき、次に酸化  
10 物を添加して加圧焼結を行うことにより、ヘリウムリークディテクタによる測定  
で、そのリーク量を  $10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec} (\text{He})$  以下と小さくすることがで  
きることを知見し、本発明を完成させたものである。

また、ヘリウムリークディテクタによる測定で、そのリーク量が  $10^{-12} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec} (\text{He})$  以下であると、緻密化が進行しすぎて破壊靱性値や高温で  
15 の熱伝導率が逆に低下するという現象も併せて知見した。

すなわち、本発明は、その表面または内部に導電体が形成されてなるセラミック基板において、上記セラミック基板は、ヘリウムリークディテクタによる測定  
で  $10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec} (\text{He})$  以下のリーク量であることを特徴とするセラ  
ミック基板である。

20

#### 図面の簡単な説明

図1は、本発明のセラミック基板を用いたセラミックヒータの一例を模式的に示す平面図である。

図2は、図1に示したセラミックヒータの部分拡大断面図である。

25 図3は、本発明のセラミック基板を用いた静電チャックの一例を模式的に示す断面図である。

図4は、図3に示した静電チャックのA-A線断面図である。

図5は、本発明のセラミック基板を用いた静電チャックの一例を模式的に示す断面図である。

図 6 は、本発明のセラミック基板を用いた静電チャックの一例を模式的に示す断面図である。

図 7 は、本発明のセラミック基板を用いた静電チャックの一例を模式的に示す断面図である。

5 図 8 (a) ~ (d) は、図 3 に示した静電チャックの製造工程の一部を模式的に示す断面図である。

図 9 は、本発明に係る静電チャックを構成する静電電極の形状を模式的に示した水平断面図である。

10 図 10 は、本発明に係る静電チャックを構成する静電電極の形状を模式的に示した水平断面図である。

図 11 は、本発明に係る静電チャックを支持容器に嵌め込んだ状態を模式的に示した断面図である。

図 12 は、本発明のセラミック基板を用いたウエハプローバを模式的に示した断面図である。

15 図 13 は、図 12 に示したウエハプローバのガード電極を模式的に示した断面図である。

#### 符号の説明

101、201、301、401 静電チャック

20 1 セラミック基板

2、22、32a、32b チャック正極静電層

3、23、33a、33b チャック負極静電層

2a、3a 半円弧状部

2b、3b 櫛歯部

25 4 セラミック誘電体膜

5、12 抵抗発熱体

6、13、18 外部端子

7 金属線

8 ペルチェ素子

## 9 シリコンウエハ

## 1 1 セラミック基板

## 1 4 有底孔

## 1 5 貫通孔

## 5 1 9 スルーホール

## 2 6 リフターピン

## 発明の詳細な開示

本発明は、その表面または内部に導電体が形成されてなるセラミック基板において、上記セラミック基板は、ヘリウムリークディテクタによる測定で  $10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec} (\text{He})$  以下のリーク量であることを特徴とするセラミック基板である。

本発明のセラミック基板は、ヘリウムリークディテクタによる測定で、そのリーク量は、 $10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec} (\text{He})$  以下である。この程度のリーク量であると、上記セラミック基板は十分に緻密に焼結しており、上記セラミック基板の昇温降温特性や、高温での耐電圧やヤング率に優れる。従って、上記セラミック基板に反りが発生することもない。

上記リーク量を測定する際には、直径  $30 \text{mm}$  で、面積  $706.5 \text{mm}^2$ 、厚さ  $1 \text{mm}$  の、上記セラミック基板と同様の試料を用意し、ヘリウムリークディテクタにセットする。そして、上記試料を通過してくるヘリウムの流量を測定することにより、上記セラミック基板のリーク量を測定することができる。ヘリウムリークディテクタは、リーク時のヘリウムの分圧を測定しており、ガス流量の絶対値を測定しているのではない。既知のリーク時のヘリウム分圧を予め測定しておいて、未知のリーク量をその時のヘリウム分圧から単純な比例計算で算出する。ヘリウムリークディテクタの詳細な測定原理は、「月刊 Semiconductor World 1992. 11 p112~115」に記載されている。

すなわち、上記セラミック基板が十分に緻密に焼結していると、上記リーク量はかなり小さな値を示す。一方、上記セラミック基板の焼結性が不十分であると、上記リーク量は大きな値を示す。

本発明においては、例えば、窒化物セラミックの粒子の表面を最初に酸化しておき、次に、酸化物を添加して加圧焼結を行うことにより、窒化物セラミックの酸化層と添加した酸化物が一体化した焼結体が形成され、このような焼結体が、ヘリウムリークディテクタによる測定で  $10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec} (\text{He})$  以下と極めて小さなリーク量となる。

なお、リーク量は、ヘリウムリークディテクタによる測定で  $1 \times 10^{-12} \sim 1 \times 10^{-8} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec} (\text{He})$  がよい。高温での熱伝導率を確保することができるからである。

ところで、特開平 9-48668 号公報、特開平 9-48669 号公報、特開平 10-72260 号公報などには若干の ALON 結晶相が存在する窒化アルミニウム焼結体が開示されているが、金属酸化物を添加しているわけでもなく、また、還元窒化法で製造されており、表面の酸素など存在せず、焼結性が悪く比較例にあるように  $10^{-6} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec} (\text{He})$  のような比較的大きなリーク量が発生する。特開平 7-153820 号公報では、イットリアを添加しているが、予め窒化アルミニウム原料粉末の表面を焼成しているわけではなく、これも比較例から明らかなように、焼結性が悪く比較例にあるように  $10^{-6} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec} (\text{He})$  のような比較的大きなリーク量が発生する。特開平 5-36819 号公報では、窒化珪素とイットリア、アルミナを使用した焼結体を用いた静電チャックを開示するが、原料中に酸素を導入することは記載、示唆ともなく、これもまた、 $10^{-6} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec} (\text{He})$  のような比較的大きなリーク量が発生する。さらに、特開平 10-279359 号公報では、低温、常圧焼成であるため、やはりリーク量が多くなる。また、特開平 10-158002 号公報は、半導体搭載用基板に用いる AlN 基板であり、本発明のような半導体製造・検査装置に用いるものではない。また、特開平 10-167859 号公報では、イットリア量が 0.2 重量%と少なく、焼結性が充分でないため、やはりリーク量が多くなる。このように、従来の技術では、本発明のようなヘリウムリーク量が  $1 \times 10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec} (\text{He})$  以下に調整できるような焼結体を用いた半導体製造・検査装置は実現していない。

また、添加する酸化物は窒化物セラミックを構成する元素の酸化物であること

が好ましい。窒化物セラミックの表面酸化物層と同一であり、極めて焼結させやすくなるからである。窒化物セラミックの表面を酸化するためには、酸素または空气中で500～1000℃で0.5～3時間加熱することが望ましい。

また、焼結を行う際に用いる窒化物セラミック粉末の平均粒子径は、0.1～55μm程度が好ましい。焼結させやすいからである。

さらに、Siの含有量が0.05～50ppm、Sの含有量が0.05～80ppm（いずれも重量）であることが望ましい。これらは、窒化物セラミック表面の酸化膜と添加した酸化物を結合させると考えられるからである。

その他の焼成条件については、後の静電チャックの製造方法において詳述する。

10 上記方法を用いて焼成を行うことにより得られるセラミック基板は、0.05～10重量%の酸素を含有していることが望ましい。0.05重量%未満では、焼結が進まず粒子境界で破壊が生じ、また熱伝導率が低下し、一方、酸素量が10重量%を超えると、該酸素が粒子境界に偏析して粒子境界で破壊が生じ、また熱伝導率が低下して昇温降温特性が低下するからである。

15 本発明では、セラミック基板は、酸素を含有する窒化物セラミックからなるとともに、最大気孔の気孔径が50μm以下であることが望ましく、気孔率は5%以下が望ましい。また、上記セラミック基板には、気孔が全く存在しないか、気孔が存在する場合は、その最大気孔の気孔径は、50μm以下であることが望ましい。

20 気孔が存在しない場合は、高温での耐電圧が特に高くなり、逆に気孔が存在する場合は、破壊靱性値が高くなる。このためどちらの設計にするかは、要求特性によって変わるのである。

気孔の存在によって破壊靱性値が高くなる理由は明確ではないが、クラックの進展が気孔によって止められるからであると推定している。

25 本発明で、最大の気孔径が50μm以下であることが望ましいのは、気孔径が50μmを超えると高温、特に200℃以上での耐電圧特性を確保することが困難となるからである。

最大気孔の気孔径は、10μm以下が望ましい。200℃以上での反り量が小さくなるからである。



気孔率や最大気孔の気孔径は、焼結時の加圧時間、圧力、温度、SiCやBNなどの添加物で調整する。SiCやBNは焼結を阻害するため、気孔を導入させることができる。

5 最大気孔の気孔径を測定する際には、試料を5個用意し、その表面を鏡面研磨し、2000～5000倍の倍率で表面を電子顕微鏡で10箇所撮影する。そして、撮影された写真で最大の気孔径を選び、50ショットの平均を最大気孔の気孔径とする。

10 気孔率は、アルキメデス法により測定する。焼結体を粉砕して有機溶媒中あるいは水銀中に粉砕物を入れて体積を測定し、粉砕物の重量と体積から真比重を求め、真比重と見かけの比重とから気孔率を計算するのである。

本発明のセラミック基板の直径は200mm以上が望ましい。特に12インチ(300mm)以上であることが望ましい。次世代の半導体ウエハの主流となるからである。また、本発明が解決する反りの問題は、直径が200mm以下のセラミック基板では発生しにくいからである。

15 本発明のセラミック基板の厚さは、50mm以下が望ましく、特に25mm以下が望ましい。

セラミック基板の厚さが25mmを超えると、セラミック基板の熱容量が大きすぎる場合があり、特に、温度制御手段を設けて加熱、冷却すると、熱容量の大きさに起因して温度追従性が低下してしまう場合があるからである。

20 また、本発明が解決する反りの問題は、厚さが25mmを超えるような厚いセラミック基板では発生しにくいからである。

セラミック基板の厚さは、特に5mm以下が最適である。なお、厚みは、1mm以上が望ましい。

25 また、本発明のセラミック基板は100℃以上、望ましくは150℃以上、特に望ましくは200℃以上で使用される。

本発明のセラミック基板を構成するセラミック材料は特に限定されないが、窒化物セラミックおよび炭化物セラミックが好ましい。上記窒化物セラミックとしては、金属窒化物セラミック、例えば、窒化アルミニウム、窒化ケイ素、窒化ホウ素、窒化チタン等が挙げられる。

また、上記炭化物セラミックとしては、例えば、炭化ケイ素、炭化チタン、炭化タンタル、炭化タングステン、炭化ジルコニウム等が挙げられる。

また、上記セラミック材料として酸化物セラミックを用いてもよく、上記酸化物セラミックとしては、金属酸化物セラミック、例えば、アルミナ、ジルコニア、  
5 コージュライト、ムライト等が挙げられる。

これらの窒化物セラミックの中では、特に窒化アルミニウムが好ましい。熱伝導率が  $180 \text{ W/m} \cdot \text{K}$  と最も高いからである。

本発明においては、セラミック基板中に酸化物を含有していることが望ましい。上記酸化物としては、例えば、アルカリ金属酸化物、アルカリ土類金属酸化物、  
10 希土類酸化物を使用することができ、これらの焼結助剤のなかでは、特に  $\text{CaO}$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{Rb}_2\text{O}$  が好ましい。また、アルミナ、シリカを使用してもよい。これらの含有量としては、 $0.5 \sim 20$  重量%が望ましい。 $0.5$  重量%未満では、リーク量を  $10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{sec}$  ( $\text{He}$ ) 以下にできないことがある。

15 添加する酸化物としては、窒化珪素の場合はシリカが最適である。

本発明では、セラミック基板中に  $5 \sim 5000 \text{ ppm}$  のカーボンを含有していることが望ましい。

カーボンを含有させることにより、セラミック基板を黒色化することができ、ヒータとして使用する際に輻射熱を充分に利用することができるからである。

20 カーボンは、非晶質のものであっても、結晶質のものであってもよい。非晶質のカーボンを使用した場合には、高温における体積抵抗率の低下を防止することができ、結晶質のものを使用した場合には、高温における熱伝導率の低下を防止することができるからである。従って、用途によっては、結晶質のカーボンと非晶質のカーボンの両方を併用してもよい。また、カーボンの含有量は、 $50 \sim 2$   
25  $000 \text{ ppm}$  がより好ましい。

セラミック基板にカーボンを含有させる場合には、その明度が JIS Z 8721 の規定に基づく値で  $N6$  以下となるようにカーボンを含有させることが望ましい。この程度の明度を有するものが輻射熱量、隠蔽性に優れるからである。

ここで、明度の  $N$  は、理想的な黒の明度を  $0$  とし、理想的な白の明度を  $10$  と

し、これらの黒の明度と白の明度との間で、その色の明るさの知覚が等歩度となるように各色を10分割し、N0～N10の記号で表示したものである。

実際の明度の測定は、N0～N10に対応する色票と比較して行う。この場合の小数点1位は0または5とする。

- 5      本発明のセラミック基板は、半導体の製造や半導体の検査を行うための装置に用いられるセラミック基板であり、具体的な装置としては、例えば、静電チャック、ウエハプローバ、ホットプレート（セラミックヒータ）、サセプタ等が挙げられる。

- 10      上記セラミック基板の内部に形成された導電体が抵抗発熱体である場合には、セラミックヒータ（ホットプレート）として使用することができる。

図1は、本発明のセラミック基板の一実施形態であるセラミックヒータの一例を模式的に示す平面図であり、図2は、図1に示したセラミックヒータの一部を示す部分拡大断面図である。

- 15      セラミック基板11は、円板形状に形成されており、セラミック基板11の内部には、温度制御手段としての抵抗発熱体12が同心円状のパターンに形成されている。また、これら抵抗発熱体12は、互いに近い二重の同心円同士が1組の回路として、1本の線になるように接続され、その回路の両端部に入出力の端子となる外部端子13がスルーホール19を介して接続されている。

- 20      また、図2に示すように、セラミック基板11には貫通孔15が設けられ、この貫通孔15にリフターピン26が挿通され、シリコンウエハ9が保持されている。

- 25      このリフターピン26を上下することにより、搬送機からシリコンウエハ9を受け取ったり、シリコンウエハ9をセラミック基板11のウエハ処理面11a上に載置して加熱したり、シリコンウエハ9をウエハ処理面11aから50～20000μm程度の間隔で離間させた状態で支持し、加熱したりすることができる。

また、セラミック基板11に凹部または貫通孔を設け、この凹部または貫通孔に、先端が尖塔状または半球状の支持ピンを挿入した後、この支持ピンでシリコンウエハを支持することにより、加熱面から50～2000μm離間させた状態でシリコンウエハを支持し、加熱することもできる。

セラミック基板 11 の底面 11 b には、熱電対等の測温素子を挿入するための有底孔 14 が設けられている。そして、抵抗発熱体 12 に通電すると、セラミック基板 11 は加熱され、これによりシリコンウエハ等の被加熱物の加熱を行うことができる。

5     このホットプレートを構成するセラミック基板 11 は、ヘリウムリークディテクタによる測定で、そのリーク量は、 $10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec} (\text{He})$  以下と小さいので、セラミック基板 11 は十分に緻密に焼結している。従って、このセラミック基板 11 は、昇温降温特性に優れ、高温で耐電圧やヤング率が低下することではなく、セラミック基板に反りが発生することもない。

10     抵抗発熱体は、セラミック基板の内部に設けてもよく、セラミック基板の底面に設けてもよい。抵抗発熱体を設ける場合は、セラミック基板を嵌め込む支持容器に、冷却手段としてエアー等の冷媒の吹きつけ口などを設けてもよい。本発明では、気体がリークしないため、このように気体を冷媒として吹き付けた場合に冷却速度を早くすることができる。

15     抵抗発熱体をセラミック基板の内部に設ける場合には、複数層設けてもよい。この場合は、各層のパターンは相互に補完するように形成されて、加熱面からみるとどこかの層にパターンが形成された状態が望ましい。例えば、互いに千鳥の配置になっている構造である。

20     抵抗発熱体としては、例えば、金属または導電性セラミックの焼結体、金属箔、金属線等が挙げられる。金属焼結体としては、タングステン、モリブデンから選ばれる少なくとも 1 種が好ましい。これらの金属は比較的酸化しにくく、発熱するに十分な抵抗値を有するからである。

また、導電性セラミックとしては、タングステン、モリブデンの炭化物から選ばれる少なくとも 1 種を使用することができる。

25     さらに、セラミック基板の底面に抵抗発熱体を形成する場合には、金属焼結体としては、貴金属（金、銀、パラジウム、白金）、ニッケルを使用することが望ましい。具体的には銀、銀-パラジウムなどを使用することができる。

上記金属焼結体に使用される金属粒子は、球状、リン片状、もしくは球状とリン片状の混合物を使用することができる。

セラミック基板表面に抵抗発熱体を形成する際には、金属中に金属酸化物を添加して焼結してもよい。上記金属酸化物を使用するのは、セラミック基板と金属粒子を密着させるためである。上記金属酸化物により、セラミック基板と金属粒子との密着性が改善される理由は明確ではないが、金属粒子の表面はわずかに酸化膜が形成されており、セラミック基板は、酸化物の場合は勿論、非酸化物セラミックである場合にも、その表面には酸化膜が形成されている。従って、この酸化膜が金属酸化物を介してセラミック基板表面で焼結して一体化し、金属粒子とセラミック基板とが密着するのではないかと考えられる。

上記金属酸化物としては、例えば、酸化鉛、酸化亜鉛、シリカ、酸化ホウ素（ $B_2O_3$ ）、アルミナ、イットリア、チタニアから選ばれる少なくとも1種が好ましい。これらの酸化物は、抵抗発熱体の抵抗値を大きくすることなく、金属粒子とセラミック基板との密着性を改善できるからである。

上記金属酸化物は、金属粒子100重量部に対して0.1重量部以上10重量部未満であることが望ましい。この範囲で金属酸化物を用いることにより、抵抗値が大きくなりすぎず、金属粒子とセラミック基板との密着性を改善することができるからである。

また、酸化鉛、酸化亜鉛、シリカ、酸化ホウ素（ $B_2O_3$ ）、アルミナ、イットリア、チタニアの割合は、金属酸化物の全量を100重量部とした場合に、酸化鉛が1～10重量部、シリカが1～30重量部、酸化ホウ素が5～50重量部、酸化亜鉛が20～70重量部、アルミナが1～10重量部、イットリアが1～50重量部、チタニアが1～50重量部が好ましい。但し、これらの合計が100重量部を超えない範囲で調整されることが望ましい。これらの範囲が特にセラミック基板との密着性を改善できる範囲だからである。

抵抗発熱体をセラミック基板の底面に設ける場合は、抵抗発熱体25の表面は、金属層25aで被覆されていることが望ましい（図5参照）。抵抗発熱体25は、金属粒子の焼結体であり、露出していると酸化しやすく、この酸化により抵抗値が変化してしまう。そこで、表面を金属層25aで被覆することにより、酸化を防止することができるのである。

金属層25aの厚さは、0.1～100 $\mu m$ が望ましい。抵抗発熱体の抵抗値

を変化させることなく、抵抗発熱体の酸化を防止することができる範囲だからである。

被覆に使用される金属は、非酸化性の金属であればよい。具体的には、金、銀、パラジウム、白金、ニッケルから選ばれる少なくとも1種以上が好ましい。なか  
5 でもニッケルがさらに好ましい。抵抗発熱体には電源と接続するための端子が必要であり、この端子は、半田を介して抵抗発熱体に取り付けるが、ニッケルは半田の熱拡散を防止するからである。接続端子としては、コパール製の外部端子を使用することができる。

なお、抵抗発熱体をセラミック基板の内部に形成する場合は、抵抗発熱体表面  
10 が酸化されることがないため、被覆は不要である。抵抗発熱体をヒータ板内部に形成する場合、抵抗発熱体の表面の一部が露出していてもよい。

抵抗発熱体として金属箔や金属線を使用することもできる。上記金属箔としては、ニッケル箔、ステンレス箔をエッチング等でパターン形成して抵抗発熱体としたものが望ましい。パターン化した金属箔は、樹脂フィルム等ではり合わせて  
15 もよい。金属線としては、例えば、タングステン線、モリブデン線等が挙げられる。

上記セラミック基板の内部に形成された導電体が静電電極層である場合には、上記セラミック基板は、静電チャックとして使用することができる。この場合、R F電極や発熱体が静電電極の下部であって、セラミック基板内に導電体として  
20 形成されていてもよい。

図3は、本発明に係る静電チャックの一実施形態を模式的に示した縦断面図であり、図4は、図3に示した静電チャックにおけるA-A線断面図である。

この静電チャック101では、円板形状のセラミック基板1の内部に、チャック正極静電層2とチャック負極静電層3とからなる静電電極層が埋設されており、  
25 この静電電極層の上に薄いセラミック層4（以下、セラミック誘電体膜という）が形成されている。また、静電チャック101上には、シリコンウエハ9が載置され、接地されている。

図4に示したように、チャック正極静電層2は、半円弧状部2aと櫛歯部2bとからなり、チャック負極静電層3も、同じく半円弧状部3aと櫛歯部3bとか

らなり、これらのチャック正極静電層 2 とチャック負極静電層 3 とは、櫛歯部 2 b、3 b を交差するように対向して配置されており、このチャック正極静電層 2 およびチャック負極静電層 3 には、それぞれ直流電源の + 側と - 側とが接続され、直流電圧  $V_2$  が印加されるようになっている。

- 5      また、セラミック基板 1 の内部には、シリコンウエハ 9 の温度をコントロールするために、図 1 に示したような平面視同心円形状の抵抗発熱体 5 が設けられており、抵抗発熱体 5 の両端には、外部端子が接続、固定され、電圧  $V_1$  が印加されるようになっている。図 3、4 には示していないが、このセラミック基板 1 には、図 1、2 に示したように、測温素子を挿入するための有底孔とシリコンウエハ 9 を支持して上下させるリフターピン（図示せず）を挿通するための貫通孔が形成されている。なお、抵抗発熱体は、セラミック基板の底面に形成されていてもよい。

- 15      この静電チャック 101 を機能させる際には、チャック正極静電層 2 とチャック負極静電層 3 とに直流電圧  $V_2$  を印加する。これにより、シリコンウエハ 9 は、チャック正極静電層 2 とチャック負極静電層 3 との静電的な作用によりこれらの電極にセラミック誘電体膜 4 を介して吸着され、固定されることとなる。このようにしてシリコンウエハ 9 を静電チャック 101 上に固定させた後、このシリコンウエハ 9 に、CVD 等の種々の処理を施す。

- 20      上記静電チャック 101 では、セラミック誘電体膜 4 は、酸素を含有する窒化物セラミックからなり、また、気孔率が 5 % 以下であり、最大の気孔径が  $50 \mu\text{m}$  以下であることが望ましい。また、このセラミック誘電体膜 4 中の気孔は、お互いに独立した気孔により構成されていることが望ましい。

- 25      この静電チャックを構成するセラミック基板は、ヘリウムリークディテクタによる測定で、そのリーク量は、 $10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec} (\text{He})$  以下と小さいので、セラミック基板は十分に緻密に焼結している。従って、このセラミック基板は、昇温降温特性に優れ、高温で耐電圧やヤング率が低下することはない。セラミック基板に反りが発生することもない。

温度制御手段としては、抵抗発熱体 12 のほかに、ペルチェ素子（図 7 参照）が挙げられる。

温度制御手段としてペルチェ素子を使用する場合は、電流の流れる方向を変えることにより発熱、冷却両方行うことができるため有利である。

ペルチェ素子 8 は、図 7 に示すように、p 型、n 型の熱電素子 8 1 を直列に接続し、これをセラミック板 8 2 などに接合させることにより形成される。

- 5      ペルチェ素子としては、例えば、シリコン・ゲルマニウム系、ビスマス・アンチモン系、鉛・テルル系材料等が挙げられる。

- 本発明の静電チャックは、例えば、図 3、4 に示したような構成を有するものである。セラミック基板の材料等については、既に説明したが、以下においては、その他の上記静電チャックを構成する各部材、および、本発明の静電チャックの  
10    他の実施形態について、順次、詳細に説明していく。

本発明の静電チャックで使用されるセラミック誘電体膜の材料は限定されるものではなく、炭化物セラミックや酸化物セラミックであってもよいが、窒化物セラミックが好ましい。

- 上記窒化物セラミックとしては、上記セラミック基板と同様のものが挙げられる。  
15    上記窒化物セラミックは、酸素を含有していることが望ましい。この場合、窒化物セラミックは、焼結が進行しやすくなり、気孔を含んでいる場合にも、この気孔は独立した気孔となり、耐電圧が向上する。

上記窒化物セラミックに酸素を含有させるため、通常、窒化物セラミックの原料粉末中に金属酸化物を混合して焼成を行う。

- 20    上記金属酸化物としては、アルミナ ( $Al_2O_3$ )、酸化珪素 ( $SiO_2$ ) 等が挙げられる。

これらの金属酸化物の添加量は、窒化物セラミック 100 重量部に対して、0.5 ~ 10 重量部が好ましい。

- セラミック誘電体膜の厚さを、50 ~ 5000  $\mu m$  とすることで、チャック力  
25    を低下させずに十分な耐電圧を確保することができる。

上記セラミック誘電体膜の厚さが 50  $\mu m$  未満であると、膜厚が薄すぎるために十分な耐電圧が得られず、シリコンウエハを載置し、吸着した際にセラミック誘電体膜が絶縁破壊する場合があります。一方、上記セラミック誘電体膜の厚さが 5000  $\mu m$  を超えると、シリコンウエハと静電電極との距離が遠くなるため、シ



リコンウエハを吸着する能力が低くなってしまう。セラミック誘電体膜の厚さは、 $100 \sim 1500 \mu\text{m}$ が好ましい。

上記セラミック誘電体膜の気孔率は、5%以下、最大気孔の気孔径は、 $50 \mu\text{m}$ 以下が好ましい。

- 5      また、上記気孔率が5%を超えると、気孔数が増え、また、気孔径が大きくなりすぎ、その結果、気孔同士が連通しやすくなる。このような構造のセラミック誘電体膜では、耐電圧が低下してしまう。

- さらに、最大気孔の気孔径が $50 \mu\text{m}$ を超えると、酸化物が粒子境界に存在していても、高温での耐電圧を確保できない。気孔率は、0.01～3%が好ましく、最大気孔の気孔径は、 $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ が好ましい。このような構成のセラミック誘電体膜では、ヘリウムリークディテクタによる測定で、そのリーク量は、 $10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec} (\text{He})$ 以下と小さい。従って、セラミック誘電体膜は十分に緻密に焼結しており、腐食性のガス等がセラミック誘電体膜を透過して静電電極を腐食させたりすることはない。
- 10

- 15      上記セラミック誘電体膜中には、カーボンが $50 \sim 5000 \text{ppm}$ 含有されていることが望ましい。静電チャック中に設けられた電極パターンを隠蔽することができ、かつ、高輻射熱が得られるからである。また、体積抵抗率が低い方が、低温域においては、シリコンウエハの吸着能力が高くなる。

- なお、本発明で、セラミック誘電体膜中にある程度の気孔が存在してもよいと
- 20      しているのは、破壊靱性値を高くすることができるからであり、これにより熱衝撃性を改善することができる。

- 上記静電電極としては、例えば、金属または導電性セラミックの焼結体、金属箔等が挙げられる。金属焼結体としては、タングステン、モリブデンから選ばれる少なくとも1種からなるものが好ましい。金属箔も、金属焼結体と同じ材質からなることが望ましい。これらの金属は比較的酸化しにくく、電極として十分な導電性を有するからである。また、導電性セラミックとしては、タングステン、モリブデンの炭化物から選ばれる少なくとも1種を使用することができる。
- 25

図9および図10は、他の静電チャックにおける静電電極を模式的に示した水平断面図であり、図9に示す静電チャック20では、セラミック基板1の内部に

半円形状のチャック正極静電層 2 2 とチャック負極静電層 2 3 が形成されており、図 1 0 に示す静電チャックでは、セラミック基板 1 の内部に円を 4 分割した形状のチャック正極静電層 3 2 a、3 2 b とチャック負極静電層 3 3 a、3 3 b が形成されている。また、2 枚の正極静電層 2 2 a、2 2 b および 2 枚のチャック負極静電層 3 3 a、3 3 b は、それぞれ交差するように形成されている。

なお、円形等の電極が分割された形態の電極を形成する場合、その分割数は特に限定されず、5 分割以上であってもよく、その形状も扇形に限定されない。

本発明における静電チャックとしては、例えば、図 3 に示すように、セラミック基板 1 とセラミック誘電体膜 4 との間にチャック正極静電層 2 とチャック負極静電層 3 とが設けられ、セラミック基板 1 の内部には抵抗発熱体 5 が設けられた構成の静電チャック 1 0 1、図 5 に示すように、セラミック基板 1 とセラミック誘電体膜 4 との間にチャック正極静電層 2 とチャック負極静電層 3 とが設けられ、セラミック基板 1 の底面に抵抗発熱体 2 5 が設けられた構成の静電チャック 2 0 1、図 6 に示すように、セラミック基板 1 とセラミック誘電体膜 4 との間にチャック正極静電層 2 とチャック負極静電層 3 とが設けられ、セラミック基板 1 の内部に抵抗発熱体である金属線 7 が埋設された構成の静電チャック 3 0 1、図 7 に示すように、セラミック基板 1 とセラミック誘電体膜 4 との間にチャック正極静電層 2 とチャック負極静電層 3 とが設けられ、セラミック基板 1 の底面に熱電素子 8 1 とセラミック板 8 2 からなるペルチェ素子 8 が形成された構成の静電チャック 4 0 1 等が挙げられる。

本発明では、図 3 ～ 7 に示したように、セラミック基板 1 とセラミック誘電体膜 4 との間にチャック正極静電層 2 とチャック負極静電層 3 とが設けられ、セラミック基板 1 の内部に抵抗発熱体 5 や金属線 7 が形成されているため、これらと外部端子とを接続するための接続部（スルーホール）1 6、1 7 が必要となる。スルーホール 1 6、1 7 は、タングステンペースト、モリブデンペーストなどの高融点金属、タングステンカーバイド、モリブデンカーバイドなどの導電性セラミックを充填することにより形成される。

また、接続部（スルーホール）1 6、1 7 の直径は、0. 1 ～ 1 0 mm が望ましい。断線を防止しつつ、クラックや歪みを防止できるからである。

このスルーホールを接続パッドとして外部端子6、18を接続する（図8（d）参照）。

接続は、半田、ろう材により行う。ろう材としては銀ろう、パラジウムろう、アルミニウムろう、金ろうを使用する。金ろうとしては、Au-Ni合金が望ましい。Au-Ni合金は、タングステンとの密着性に優れるからである。

Au/Niの比率は、[81.5~82.5（重量%）] / [18.5~17.5（重量%）] が望ましい。

Au-Ni層の厚さは、0.1~50μmが望ましい。接続を確保するに十分な範囲だからである。また、 $10^{-6}$ ~ $10^{-5}$ Paの高真空で500~1000℃の高温で使用するとAu-Cu合金では劣化するが、Au-Ni合金ではこのような劣化がなく有利である。また、Au-Ni合金中の不純物元素量は全量を100重量部とした場合に1重量部未満であることが望ましい。

本発明では、必要に応じて、セラミック基板の有底孔に熱電対を埋め込んでおくことができる。熱電対により抵抗発熱体の温度を測定し、そのデータをもとに電圧、電流量を変えて、温度を制御することができるからである。

熱電対の金属線の接合部位の大きさは、各金属線の素線径と同一か、もしくは、それよりも大きく、かつ、0.5mm以下がよい。このような構成によって、接合部分の熱容量が小さくなり、温度が正確に、また、迅速に電流値に変換されるのである。このため、温度制御性が向上してウエハの加熱面の温度分布が小さくなるのである。

上記熱電対としては、例えば、JIS-C-1602（1980）に挙げられるように、K型、R型、B型、S型、E型、J型、T型熱電対が挙げられる。

図11は、以上のような構成の本発明の静電チャックを嵌め込むための支持容器41を模式的に示した断面図である。

支持容器41には、静電チャック101が断熱材45を介して嵌め込まれるようになっている。また、この支持容器11には、冷媒吹き出し口42が形成されており、冷媒注入口44から冷媒が吹き込まれ、冷媒吹き出し口42を通して吸引口43から外部に出ていくようになっており、この冷媒の作用により、静電チャック101を冷却することができるようになっている。

次に、本発明のセラミック基板を一例である静電チャックの製造方法の一例を図 8 (a) ~ (d) に示した断面図に基づき説明する。

(1) まず、窒化物セラミック、炭化物セラミックなどのセラミックの粉体をバインダおよび溶剤と混合してグリーンシート 50 を得る。

- 5 前述したセラミック粉体としては、例えば、酸化性雰囲気中で焼成することにより得られた酸素を含有する窒化アルミニウム粉末などを使用することができる。また、必要に応じて、アルミナやイオウなどの焼結助剤を加えてもよい。

10 なお、後述する静電電極層印刷体 51 が形成されたグリーンシートの上に積層する数枚または 1 枚のグリーンシート 50' は、セラミック誘電体膜 4 となる層であるので、必要により、セラミック基板とは別の組成としてもよい。

通常、セラミック誘電体膜 4 の原料とセラミック基板 1 の原料とは、同じものを使用することが望ましい。これらは、一体として焼結することが多いため、焼成条件が同じになるからである。ただし、材料が異なる場合には、まず先にセラミック基板を製造しておき、その上に静電電極層を形成し、さらにその上にセラミック誘電体膜を形成することもできる。

また、バインダとしては、アクリル系バインダ、エチルセルロース、ブチルセロソルブ、ポリビニルアルコールから選ばれる少なくとも 1 種が望ましい。

さらに、溶媒としては、 $\alpha$ -テルピネオール、グリコールから選ばれる少なくとも 1 種が望ましい。

- 20 これらを混合して得られるペーストをドクターブレード法でシート状に成形してグリーンシート 50 を作製する。

グリーンシート 50 に、必要に応じ、シリコンウエハのリフターピンを挿通する貫通孔、熱電対を埋め込む凹部、スルーホールを形成する部分等に貫通孔を設けておくことができる。貫通孔は、パンチングなどにより形成することができる。

- 25 グリーンシート 50 の厚さは、0.1 ~ 5 mm 程度が好ましい。

次に、グリーンシート 50 の貫通孔に導体ペーストを充填し、スルーホール印刷体 53、54 を得、次に、グリーンシート 50 上に静電電極層や抵抗発熱体となる導体ペーストを印刷する。

印刷は、グリーンシート 50 の収縮率を考慮して所望のアスペクト比が得られ

るように行い、これにより静電電極層印刷体 5 1、抵抗発熱体層印刷体 5 2 を得る。

印刷体は、導電性セラミック、金属粒子などを含む導電性ペーストを印刷することにより形成する。

- 5      これらの導電性ペースト中に含まれる導電性セラミック粒子としては、タングステンまたはモリブデンの炭化物が最適である。酸化しにくく、熱伝導率が低下しにくいからである。

また、金属粒子としては、例えば、タングステン、モリブデン、白金、ニッケルなどを使用することができる。

- 10      導電性セラミック粒子、金属粒子の平均粒子径は  $0.1 \sim 5 \mu\text{m}$  が好ましい。これらの粒子は、大きすぎても小さすぎても導体用ペーストを印刷しにくいからである。

- このようなペーストとしては、金属粒子または導電性セラミック粒子 85 ～ 97 重量部、アクリル系、エチルセルロース、ブチルセロソルブおよびポリビニル  
15      アルコールから選ばれる少なくとも 1 種のバインダ 1.5 ～ 10 重量部、 $\alpha$ -テルピネオール、グリコール、エチルアルコールおよびブタノールから選ばれる少なくとも 1 種の溶媒を 1.5 ～ 10 重量部混合して調製した導体用ペーストが最適である。

- 次に、図 8 (a) に示すように、印刷体 5 1、5 2、5 3、5 4 を有するグリーンシート 5 0 と、印刷体を有さないグリーンシート 5 0' とを積層する。抵抗  
20      発熱体形成側に印刷体を有さないグリーンシート 5 0' を積層するのは、スルーホールの端面が露出して、抵抗発熱体形成の焼成の際に酸化してしまうことを防止するためである。もしスルーホールの端面が露出したまま、抵抗発熱体形成の焼成を行うのであれば、ニッケルなどの酸化しにくい金属をスパッタリングする  
25      必要があり、さらに好ましくは、Au-Ni の金ろうで被覆してもよい。

(2) 次に、図 8 (b) に示すように、積層体の加熱および加圧を行い、グリーンシートおよび導電ペーストを焼結させる。

加熱温度は、 $1700 \sim 2000^\circ\text{C}$ 、加圧は  $100 \sim 200 \text{ kgf/cm}^2$  が好ましく、これらの加熱および加圧は、不活性ガス雰囲気下で行う。不活性ガス

としては、アルゴン、窒素などを使用することができる。この工程で、スルーホール 16、17、チャック正極静電層 2、チャック負極静電層 3、抵抗発熱体 5 等が形成される。

- (3) 次に、図 8 (c) に示すように、外部端子接続のための袋孔 35、36 を設ける。

袋孔 35、36 の内壁は、その少なくともその一部が導電化され、導電化された内壁は、チャック正極静電層 2、チャック負極静電層 3、抵抗発熱体 5 等と接続されていることが望ましい。

- (7) 最後に、図 8 (d) に示すように、袋孔 35、36 に金ろうを介して外部端子 6、18 を設ける。さらに、必要に応じて、有底孔を設け、その内部に熱電対を埋め込むことができる。

半田は銀-鉛、鉛-スズ、ビスマス-スズなどの合金を使用することができる。なお、半田層の厚さは、0.1 ~ 50  $\mu\text{m}$  が望ましい。半田による接続を確保するに十分な範囲だからである。

- 15    なお、上記説明では静電チャック 101 (図 3 参照) を例にしたが、静電チャック 201 (図 5 参照) を製造する場合は、静電電極層を有するセラミック板を製造した後、このセラミック板の底面に導体ペーストを印刷、焼成し、抵抗発熱体 25 を形成し、この後、無電解めっき等により金属層 25a を形成すればよい。また、静電チャック 301 (図 6 参照) を製造する場合は、セラミック粉末中に  
20    金属箔、金属線を静電電極や抵抗発熱体にして埋め込み、焼結すればよい。

さらに、静電チャック 401 (図 7 参照) を製造する場合は、静電電極層を有するセラミック板を製造した後、このセラミック板に溶射金属層を介してペルチェ素子を接合すればよい。

- 本発明のセラミック基板の表面および内部に導電体が配設され、表面の導体層  
25    がチャックトップ導体層であり、内部の導電体がガード電極またはグランド電極のいずれか少なくとも一方である場合には、上記セラミック基板は、ウエハプローバとして機能する。

図 12 は、本発明のウエハプローバの一実施形態を模式的に示した断面図であり、図 13 は、図 12 に示したウエハプローバにおける A-A 線断面図である。

このウエハプローバ501では、円板形状のセラミック基板63の表面に平面視同心円形状の溝67が形成されるとともに、溝67の一部にシリコンウエハを吸引するための複数の吸引孔68が設けられており、溝67を含むセラミック基板63の大部分にシリコンウエハの電極と接続するためのチャックトップ導体層62が円形状に形成されている。

一方、セラミック基板63の底面には、シリコンウエハの温度をコントロールするために、図1に示したような平面視同心円形状の発熱体61が設けられており、発熱体61の両端には、外部端子（図示せず）が接続、固定されている。また、セラミック基板63の内部には、ストレイキャパシタやノイズを除去するために平面視格子形状のガード電極65とグランド電極66（図13参照）とが設けられている。ガード電極65とグランド電極66の材質は、静電電極と同様のものでよい。

上記チャックトップ導体層62の厚さは、1～20 $\mu$ mが望ましい。1 $\mu$ m未満では抵抗値が高くなりすぎて電極として働かず、一方、20 $\mu$ mを超えると導体の持つ応力によって剥離しやすくなってしまうからである。

チャックトップ導体層62としては、例えば、銅、チタン、クロム、ニッケル、貴金属（金、銀、白金等）、タングステン、モリブデンなどの高融点金属から選ばれる少なくとも1種の金属を使用することができる。

このような構成のウエハプローバでは、その上に集積回路が形成されたシリコンウエハを載置した後、このシリコンウエハにテストピンを持つプローブカードを押しつけ、加熱、冷却しながら電圧を印加して導通テストを行うことができる。また、このようなウエハプローバを構成するセラミック基板は、ヘリウムリークディテクタによる測定で、そのリーク量は、 $10^{-7}$ Pa $\cdot$ m<sup>3</sup>/sec（He）以下であり、このセラミック基板は十分に緻密に焼結しており、このウエハプローバは昇温降温特性に優れ、高温で耐電圧やヤング率が低下することはない。ウエハプローバに反りが発生することもない。

なお、ウエハプローバを製造する場合には、例えば、静電チャックの場合と同様に、初めに抵抗発熱体が埋設されたセラミック基板を製造し、その後、セラミック基板の表面に溝を形成し、続いて、溝が形成された表面部分にスパッタリン

グおよびめっき等を施して、金属層を形成すればよい。

発明を実施するための形態

以下、本発明をさらに詳細に説明する。

5 (実施例 1～7) 静電チャック 101 (図 3 参照) の製造

(1) 空气中、500℃で1時間焼成した窒化アルミニウム粉末(トクヤマ社製、平均粒径0.6μm)1000重量部、イットリア(平均粒径:0.4μm)40重量部、アクリルバイнда115重量部、分散剤5重量部および1-ブタノールとエタノールとからなるアルコール530重量部を混合したペーストを用い、  
10 ドクターブレード法による成形を行って、厚さ0.47mmのグリーンシートを得た。

(2) 次に、このグリーンシートを80℃で5時間乾燥させた後、パンチングにより直径1.8mm、3.0mm、5.0mmの半導体ウエハリフターピンを挿通する貫通孔となる部分、外部端子と接続するためのスルーホールとなる部分を  
15 設けた。

(3) 平均粒子径1μmのタングステンカーバイト粒子100重量部、アクリル系バイнда3.0重量部、α-テルピネオール溶媒3.5重量部および分散剤0.3重量部を混合して導体ペーストAを調製した。

平均粒子径3μmのタングステン粒子100重量部、アクリル系バイнда1.9重量部、α-テルピネオール溶媒3.7重量部および分散剤0.2重量部を混合して導体ペーストBを調製した。  
20

この導体ペーストAをグリーンシートにスクリーン印刷で印刷し、導体ペースト層を形成した。印刷パターンは、同心円パターンとした。また、他のグリーンシートに図4に示した形状の静電電極パターンからなる導体ペースト層を形成した。  
25

さらに、外部端子を接続するためのスルーホール用の貫通孔に導体ペーストBを充填した。

上記処理の終わったグリーンシート50に、さらに、タングステンペーストを印刷しないグリーンシート50'を上側(加熱面)に34枚、下側に13枚積層



し、その上に静電電極パターンからなる導体ペースト層を印刷したグリーンシート50を積層し、さらにその上にタングステンペーストを印刷していないグリーンシート50'を2枚積層し、これらを130℃、80kgf/cm<sup>2</sup>の圧力で圧着して積層体を形成した(図8(a))。

- 5 (4) 次に、得られた積層体を窒素ガス中、600℃で5時間脱脂し、1890℃、表1に示すように、0~200kgf/cm<sup>2</sup>の圧力で3時間ホットプレスし、厚さ3mmの窒化アルミニウム板状体を得た。これを230mmの円板状に切り出し、内部に厚さ6μm、幅10mmの抵抗発熱体5および厚さ10μmのチャック正極静電層2、チャック負極静電層3を有する窒化アルミニウム製の板状体とした(図8(b))。

(5) 次に、(4)で得られた板状体を、ダイヤモンド砥石で研磨した後、マスクを載置し、SiC等によるブラスト処理で表面に熱電対のための有底孔(直径:1.2mm、深さ:2.0mm)を設けた。

- 15 (6) さらに、スルーホールが形成されている部分をえぐり取って袋孔35、36とし(図8(c))、この袋孔35、36にNi-Auからなる金ろうを用い、700℃で加熱リフローしてコバール製の外部端子6、18を接続させた(図8(d))。

なお、外部端子の接続は、タングステンの支持体が3点で支持する構造が望ましい。接続信頼性を確保することができるからである。

- 20 (7) 次に、温度制御のための複数の熱電対を有底孔に埋め込み、抵抗発熱体5を有する静電チャック101の製造を完了した。

このようにして製造した抵抗発熱体5を有する静電チャック101のセラミック基板(セラミック誘電体膜)の耐電圧、熱伝導率、反り量、酸素含有量、リーク量、破壊靱性値を下記の方法により測定した。その結果を下記の表1に示した。

- 25 (8) 次に、この静電チャック101を図11の断面形状を有するステンレス製の支持容器41にセラミックファイバー(イビデン社製 商品名 イビウール)からなる断熱材45を介して嵌め込んだ。この支持容器41は冷却ガスの冷媒吹き出し口42を有し、静電チャック101の温度調整を行うことができる。

この支持容器41に嵌め込まれた静電チャック101の抵抗発熱体5に通電を

行って、温度を上げ、また、支持容器に冷媒を流して静電チャック 101 の温度を制御したが、極めて良好に温度を制御することができた。また、静電チャックの冷却時間を下記の方法により測定した。結果を表 1 に示した。

(実施例 8) 静電チャック 201 (図 5 参照) の製造

- 5 (1) 空气中で 500℃ で 1 時間焼成した窒化アルミニウム粉末 (トクヤマ社製、平均粒径 0.6  $\mu\text{m}$ ) 1000 重量部、イットリア (平均粒径: 0.4  $\mu\text{m}$ ) 40 重量部、アクリルバイнда 115 重量部、分散剤 5 重量部および 1-ブタノールとエタノールとからなるアルコール 530 重量部を混合したペーストを用い、ドクターブレード法による成形を行って、厚さ 0.47 mm のグリーンシートを  
10 得た。

(2) 次に、このグリーンシートを 80℃ で 5 時間乾燥させた後、パンチングにより直径 1.8 mm、3.0 mm、5.0 mm の半導体ウエハリフターピンを挿通する貫通孔となる部分、外部端子と接続するためのスルーホールとなる部分を設けた。

- 15 (3) 平均粒子径 1  $\mu\text{m}$  のタングステンカーバイド粒子 100 重量部、アクリル系バイнда 3.0 重量部、 $\alpha$ -テルピネオール溶媒 3.5 重量部および分散剤 0.3 重量部を混合して導体ペースト A を調製した。

- 平均粒子径 3  $\mu\text{m}$  のタングステン粒子 100 重量部、アクリル系バイнда 1.9 重量部、 $\alpha$ -テルピネオール溶媒 3.7 重量部および分散剤 0.2 重量部を混  
20 合して導体ペースト B を調製した。

この導体ペースト A をグリーンシートにスクリーン印刷で印刷し、図 10 に示した形状の静電電極パターンからなる導体ペースト層を形成した。

さらに、外部端子を接続するためのスルーホール用の貫通孔に導体ペースト B を充填した。

- 25 上記処理の終わったグリーンシート 50 に、さらに、導体ペーストを印刷しないグリーンシート 50' を上側 (加熱面) に 1 枚、下側に 48 枚積層し、これらを 130℃、80 kgf/cm<sup>2</sup> の圧力で圧着して積層体を形成した。

(4) 次に、得られた積層体を窒素ガス中、600℃ で 5 時間脱脂し、1890℃、圧力 200 kgf/cm<sup>2</sup> で 3 時間ホットプレスし、厚さ 3 mm の窒化アル

ミニウム板状体を得た。これを230mmの円板状に切り出し、内部に厚さ15 $\mu$ mのチャック正極静電層2およびチャック負極静電層3を有する窒化アルミニウム製の板状体とした。

(5) 上記(4)で得た板状体の底面にマスクを載置し、SiC等によるブラスト処理で表面に熱電対のための凹部(図示せず)等を設けた。

(6) 次に、ウエハ載置面に対向する面(底面)に抵抗発熱体25を印刷した。印刷は導電ペーストを用いた。導電ペーストは、プリント配線板のスルーホール形成に使用されている徳力化学研究所製のソルベストPS603Dを使用した。この導電ペーストは、銀/鉛ペーストであり、酸化鉛、酸化亜鉛、シリカ、酸化ホウ素、アルミナからなる金属酸化物(それぞれの重量比率は、5/55/10/25/5)を銀100重量部に対して7.5重量部含むものであった。

また、銀の形状は平均粒径4.5 $\mu$ mでリン片状のものであった。

(7) 導電ペーストを印刷した板状体を780℃で加熱焼成して、導電ペースト中の銀、鉛を焼結させるとともにセラミック基板に焼き付けた。さらに硫酸ニッケル30g/l、ほう酸30g/l、塩化アンモニウム30g/lおよびロッシェル塩60g/lを含む水溶液からなる無電解ニッケルめっき浴に板状体を浸漬して、銀の焼結体15の表面に厚さ1 $\mu$ m、ホウ素の含有量が1重量%以下のニッケル層25aを析出させた。この後、板状体に、120℃で3時間アニーリング処理を施した。

20 銀の焼結体からなる抵抗発熱体は、厚さが5 $\mu$ m、幅2.4mmであり、面積抵抗率が7.7m $\Omega$ /□であった。

(8) 次に、セラミック基板にスルーホール16を露出させるための袋孔を設けた。この袋孔にNi-Au合金(Au81.5重量%、Ni18.4重量%、不純物0.1重量%)からなる金ろうを用い、970℃で加熱リフローしてコバール製の外部端子ピンを接続させた。また、抵抗発熱体に半田(スズ9/鉛1)を介してコバール製の外部端子ピンを形成した。

(9) 次に、温度制御のための複数熱電対を凹部に埋め込み、静電チャック201を得た。

このようにして製造した抵抗発熱体5を有する静電チャック201のセラミッ

ク基板（セラミック誘電体膜）の耐電圧、熱伝導率、反り量、酸素含有量、リーク量、破壊靱性値を下記の方法により測定した。その結果を下記の表 1 に示した。

（10）次に、この静電チャック 201 を図 11 の断面形状を有するステンレス製の支持容器 41 にセラミックファイバー（イビデン社製 商品名 イビウール）からなる断熱材 45 を介して嵌め込んだ。この支持容器 41 は冷却ガスの冷媒吹き出し口 42 を有し、静電チャック 201 の温度調整を行うことができる。

この支持容器 41 に嵌め込まれた静電チャック 201 の抵抗発熱体 15 に通電を行って、温度を上げ、また、支持容器に冷媒を流して静電チャック 201 の温度を制御したが、極めて良好に温度を制御することができた。また、静電チャックの冷却時間を下記の方法により測定した。結果を表 1 に示した。

#### （実施例 9） 静電チャック 301（図 6）の製造

（1）厚さ 10  $\mu\text{m}$  のタングステン箔を打抜き加工することにより図 9 に示した形状の電極 2 枚を形成した。

この電極 2 枚とタングステン線を空气中 500℃ で焼成した窒化アルミニウム粉末（トクヤマ社製、平均粒径 1.1  $\mu\text{m}$ ）1000 重量部、イットリア（平均粒径：0.4  $\mu\text{m}$ ）40 重量部、アクリルバイнда 115 重量部とともに、成型型中に入れて窒素ガス中で 1890℃、圧力 200  $\text{kgf}/\text{cm}^2$  で 3 時間ホットプレスし、厚さ 3 mm の窒化アルミニウム板状体を得た。これを直径 230 mm の円板状に切り出して窒化アルミニウム製の板状体とした。このとき、静電電極層の厚さは、10  $\mu\text{m}$  であった。

（2）この板状体に対し、実施例 1 の（5）～（7）の工程を実施し、静電チャック 301 を得た。

このようにして製造した抵抗発熱体 5 を有する静電チャック 301 のセラミック基板（セラミック誘電体膜）の耐電圧、熱伝導率、反り量、酸素含有量、リーク量、破壊靱性値を下記の方法により測定した。その結果を下記の表 1 に示した。

また、静電チャック 301 を実施例 1 の（8）の工程と同様にして支持容器に嵌め込み、その冷却時間を下記の方法により測定した。結果を表 1 に示した。

#### （実施例 10） 静電チャック 401（図 7）の製造

実施例 8 の（1）～（5）の工程を実施した後、さらに底面にニッケルを溶射

し、この後、鉛・テルル系のペルチェ素子を接合させることにより、静電チャック 401 を得た。

このようにして製造した抵抗発熱体 5 を有する静電チャック 401 のセラミック基板（セラミック誘電体膜）の耐電圧、熱伝導率、反り量、酸素含有量、リーク量、破壊靱性値を下記の方法により測定した。その結果を下記の表 1 に示した。このようにして製造した静電チャック 401 は、降温特性に優れ、ペルチェ素子で冷却したところ 450℃ から 100℃ まで 3 分で降温した。

また、静電チャック 301 を実施例 8 の（10）の工程と同様にして支持容器に嵌め込み、その冷却時間を下記の方法により測定した。結果を表 1 に示した。

#### 10 （比較例 1） 静電チャックの製造

窒化アルミニウム粉末（トクヤマ社製、平均粒径 1.1  $\mu\text{m}$ ）1000 重量部、イットリア（平均粒径：0.4  $\mu\text{m}$ ）40 重量部、アクリルバイнда 115 重量部、分散剤 5 重量部および 1-ブタノールとエタノールとからなるアルコール 530 重量部を混合したペーストを用い、ドクターブレード法による成形を行って、厚さ 0.47 mm のグリーンシートを得たほかは、実施例 1 と同様にして、静電チャックを製造した。

このようにして製造した抵抗発熱体を有する静電チャックのセラミック基板（セラミック誘電体膜）の耐電圧、熱伝導率、反り量、酸素含有量、リーク量、破壊靱性値を下記の方法により測定した。その結果を下記の表 1 に示した。また、静電チャックを実施例 1 と同様にして支持容器に嵌め込み、その冷却時間を下記の方法により測定した。結果を表 1 に示した。

#### （比較例 2） 静電チャックの製造

窒化アルミニウム粉末（トクヤマ社製、平均粒径 1.1  $\mu\text{m}$ ）1000 重量部、アクリルバイнда 115 重量部、分散剤 5 重量部および 1-ブタノールとエタノールとからなるアルコール 530 重量部を混合したペーストを用い、ドクターブレード法による成形を行って、厚さ 0.47 mm のグリーンシートを得たほかは、実施例 1 と同様にして、静電チャックを製造した。

このようにして製造した抵抗発熱体を有する静電チャックのセラミック基板（セラミック誘電体膜）の耐電圧、熱伝導率、反り量、酸素含有量、リーク量、破

壊靱性値を下記の方法により測定した。その結果を下記の表 1 に示した。また、静電チャックを実施例 1 と同様にして支持容器に嵌め込み、その冷却時間を下記の方法により測定した。結果を表 1 に示した。

### 評価方法

#### 5 (1) セラミック基板（セラミック誘電体膜）の耐電圧の評価

実施例 1 ～ 10、比較例 1 ～ 2 で製造した静電チャックについて、静電チャック上に金属電極を載置し、静電電極層と電極との間に、電圧を印加し、絶縁破壊する電圧を測定した。

#### (2) 熱伝導率

##### 10 a. 使用機器

リーガクレーザーフラッシュ法熱定数測定装置

LF/T CM-F A 8 5 1 0 B

##### b. 試験条件.

温度・・・25℃、450℃

##### 15 雰囲気・・・真空

##### c. 測定方法

・比熱測定における温度検出は、試料裏面に銀ペーストで接着した熱電対（プラチネル）により行った。

20 ・常温比熱測定はさらに試料上面に受光板（グラッシーカーボン）をシリコングリースを介して接着した状態で行い、試料の比熱（ $C_p$ ）は、下記の計算式（1）により求めた。

$$C_p = \left\{ \frac{\Delta Q}{\Delta T} - C_{p_{G.C}} \cdot W_{G.C} - C_{p_{S.G}} \cdot W_{S.G} \right\} \frac{1}{W} \cdots (1)$$

25 上記計算式（1）において、 $\Delta Q$ は、入力エネルギー、 $\Delta T$ は、試料の温度上昇の飽和値、 $C_{p_{G.C}}$ は、グラッシーカーボンの比熱、 $W_{G.C}$ は、グラッシーカーボンの重量、 $C_{p_{S.G}}$ は、シリコングリースの比熱、 $W_{S.G}$ は、シリコングリースの重量、 $W$ は、試料の重量である。

#### (3) 反り量

450℃まで昇温して150kg/cm<sup>2</sup>の荷重をかけた後、25℃まで冷却し、

形状測定器（京セラ社製 ナノウエイ）を用いて、反り量を測定した。

#### （４）酸素含有量

実施例、比較例にかかる焼結体と同条件で焼結させた試料をタングステン乳鉢で粉碎し、これの 0.01 g を採取して試料加熱温度 2200℃、加熱時間 30 秒の条件で酸素・窒化同時分析装置（LECO社製 TC-136型）で測定した。

#### （５）リーク量

実施例、比較例にかかる焼結体と同条件で焼結させた試料（面積 706.5 mm<sup>2</sup>、厚さ 1 mm）を用い、汎用型ヘリウムリークディテクタ（島津製作所社製「MSE-11AU/TP型」）を使用してヘリウムのリーク量を測定した。

#### （６）破壊靱性値

ビッカース硬度計（明石製作所社製 MVK-D型）により、圧子を表面に圧入し、発生したクラックの長さを測定し、これを以下の計算式（２）を用いて計算した。

$$15 \quad \text{破壊靱性値} = 0.026 \times E^{1/2} \times 0.5 \times P^{1/2} \times a \times C^{-3/2} \dots (2)$$

上記計算式（２）において、Eは、ヤング率（ $3.18 \times 10^{11}$  Pa）、Pは、押し込み荷重（98 N）、aは、圧痕対角線平均長さの半分（m）、Cは、クラックの長さの平均の半分（m）である。

#### （７）冷却時間

20 150℃まで昇温して、空気を10リットル／分で吹き付け、100℃まで冷却するための所要時間を測定した。

#### （実施例 11）ウエハプロローバ 501（図 11 参照）の製造

（１）窒化アルミニウム粉末（トクヤマ社製、平均粒径 1.1 μm）1000重量部、イットリア（平均粒径：0.4 μm）40重量部、アクリルバイнда 115重量部、窒化硼素 0.002重量部、分散剤 5重量部および1-ブタノールとエタノールとからなるアルコール 530重量部を混合したペーストを用い、ドクターブレード法による成形を行って、厚さ 0.47 mm のグリーンシートを得た。

（２）次に、このグリーンシートを 80℃で 5 時間乾燥させた後、パンチングにて発熱体と外部端子ピンと接続するためのスルーホール用の貫通孔を設けた。

(3) 平均粒子径  $1\ \mu\text{m}$  のタングステンカーバイド粒子 100 重量部、アクリル系バインダ 3.0 重量部、 $\alpha$ -テルピネオール溶媒 3.5 重量および分散剤 0.3 重量部を混合して導電性ペースト A とした。

また、平均粒子径  $3\ \mu\text{m}$  のタングステン粒子 100 重量部、アクリル系バインダ 1.9 重量部、 $\alpha$ -テルピネオール溶媒を 3.7 重量部、分散剤 0.2 重量部を混合して導電性ペースト B とした。

次に、グリーンシートに、この導電性ペースト A を用いたスクリーン印刷で、格子状のガード電極用印刷体、グランド電極用印刷体を印刷した。

また、端子ピンと接続するためのスルーホール用の貫通孔に導電性ペースト B を充填した。

さらに、印刷されたグリーンシートおよび印刷がされていないグリーンシートを 50 枚積層して  $130^\circ\text{C}$ 、 $80\ \text{kgf}/\text{cm}^2$  の圧力で一体化することにより積層体を作製した。

(4) 次に、この積層体を窒素ガス中で  $600^\circ\text{C}$  で 5 時間脱脂し、 $1890^\circ\text{C}$ 、圧力  $200\ \text{kgf}/\text{cm}^2$  で 3 時間ホットプレスし、厚さ 3 mm の窒化アルミニウム板状体を得た。得られた板状体を、直径 300 mm の円形状に切り出してセラミック製の板状体とした。スルーホール 16 の大きさは、直径 0.2 mm、深さ 0.2 mm であった。

また、ガード電極 65、グランド電極 66 の厚さは  $10\ \mu\text{m}$ 、ガード電極 65 の形成位置は、ウエハ載置面から 1 mm、グランド電極 66 の形成位置は、ウエハ載置面から 1.2 mm であった。また、ガード電極 65 およびグランド電極 66 の導体非形成領域 66a の 1 辺の大きさは、0.5 mm であった。

(5) 上記 (4) で得た板状体を、ダイヤモンド砥石で研磨した後、マスクを載置し、SiC 等によるブラスト処理で表面に熱電対のための凹部およびウエハ吸着用の溝 67 (幅 0.5 mm、深さ 0.5 mm) を設けた。

(6) さらに、ウエハ載置面に対向する面に抵抗発熱体 61 を形成するための層を印刷した。印刷は導電ペーストを用いた。導電ペーストは、プリント配線板のスルーホール形成に使用されている徳力化学研究所製のソルベスト PS603D を使用した。この導電ペーストは、銀/鉛ペーストであり、酸化鉛、酸化亜鉛、



シリカ、酸化ホウ素、アルミナからなる金属酸化物（それぞれの重量比率は、5／55／10／25／5）を銀100重量部に対して7.5重量部含むものであった。

また、銀の形状は平均粒径4.5  $\mu\text{m}$ でリン片状のものであった。

- 5 (7) 導電ペーストを印刷したヒータ板を780℃で加熱焼成して、導電ペースト中の銀、鉛を焼結させるとともにセラミック基板63に焼き付けた。さらに硫酸ニッケル30 g／l、ほう酸30 g／l、塩化アンモニウム30 g／lおよびロッシェル塩60 g／lを含む水溶液からなる無電解ニッケルめっき浴にヒータ板を浸漬して、銀の焼結体61の表面に厚さ1  $\mu\text{m}$ 、ホウ素の含有量が1重量%  
10 以下のニッケル層（図示せず）を析出させた。この後、ヒータ板は、120℃で3時間アニーリング処理を施した。

銀の焼結体からなる発熱体は、厚さが5  $\mu\text{m}$ 、幅2.4 mmであり、面積抵抗率が7.7  $\text{m}\Omega/\square$ であった。

- (8) 溝67が形成された面に、スパッタリング法により、順次、チタン層、モ  
15 リブデン層、ニッケル層を形成した。スパッタリングのための装置は、日本真空技術株式会社製のSV-4540を使用した。スパッタリングの条件は気圧0.6 Pa、温度100℃、電力200 Wであり、スパッタリング時間は、30秒から1分の範囲内で、各金属によって調整した。

- 得られた膜の厚さは、蛍光X線分析計の画像から、チタン層は0.3  $\mu\text{m}$ 、モ  
20 リブデン層は2  $\mu\text{m}$ 、ニッケル層は1  $\mu\text{m}$ であった。

- (9) 硫酸ニッケル30 g／l、ほう酸30 g／l、塩化アンモニウム30 g／  
1およびロッシェル塩60 g／lを含む水溶液からなる無電解ニッケルめっき浴に、上記(8)で得られたセラミック板を浸漬し、スパッタリングにより形成された金属層の表面に厚さ7  $\mu\text{m}$ 、ホウ素の含有量が1重量%以下のニッケル層を  
25 析出させ、120℃で3時間アニーリングした。

抵抗発熱体表面は、電流を流さず、電解ニッケルめっきで被覆されない。

さらに、表面にシアン化金カリウム2 g／l、塩化アンモニウム75 g／l、クエン酸ナトリウム50 g／lおよび次亜リン酸ナトリウム10 g／lを含む無電解金めっき液に、93℃の条件で1分間浸漬し、ニッケルめっき層上に厚さ1

$\mu\text{m}$ の金めっき層を形成した。

(10) 溝67から裏面に抜ける空気吸引孔68をドリル加工により形成し、さらにスルーホール16を露出させるための袋孔(図示せず)を設けた。この袋孔にNi-Au合金(Au81.5重量%、Ni18.4重量%、不純物0.1重量%)からなる金ろうを用い、970℃で加熱リフローしてコパール製の外部端子ピンを接続させた。また、抵抗発熱体に半田(スズ90重量%/鉛10重量%)を介してコパール製の外部端子ピンを形成した。

(11) 次に、温度制御のための複数熱電対を凹部に埋め込み、ウエハプローバヒータ501を得た。

10 このヒータ付きウエハプローバを200℃まで昇温したところ、約20秒で200℃まで昇温した。

また、このヒータ付きウエハプローバを構成するセラミック基板の耐電圧、熱伝導率、反り量、酸素含有量、リーク量、破壊靱性値を上記した評価方法により測定した。その結果を下記の表1に示した。また、上記ヒータ付きウエハプローバを支持容器に嵌め込み、その冷却時間を上記した評価方法により測定した。その結果を下記の表1に示した。

#### (実施例12)

500℃、空气中で1時間焼成した窒化珪素粉末(トクヤマ社製、平均粒径0.6 $\mu\text{m}$ )100重量部、イットリア(平均粒径:0.4 $\mu\text{m}$ )40重量部、アルミナ20重量部、シリカ40重量部、アクリルバインダ11.5重量部、分散剤0.5重量部、および、1-ブタノールとエタノールとからなるアルコール53重量部を混合したペーストを用い、ドクターブレード法による成形を行って、厚さ0.50mmのグリーンシートを得た。

このグリーンシートを用いて、焼成条件を温度1900℃、圧力200kgf/cm<sup>2</sup>にした以外は、実施例1の(2)~(8)の工程と同様にして静電チャックを製造した。

得られた静電チャックのセラミック基板の耐電圧、反り量、酸素含有量、リーク量、破壊靱性値を上記した評価方法により測定した。その結果を下記の表1に示した。また、得られた静電チャックを支持容器に嵌め込み、その冷却時間を上

記した評価方法により測定した。その結果を下記の表 1 に示した。

(比較例 3)

イットリアの量を 0.2 重量部とした以外は、実施例 7 と同様にして静電チャックを製造した。

- 5 得られた静電チャックのセラミック基板の耐電圧、熱伝導率、反り量、酸素含有量、リーク量、破壊靱性値を上記した評価方法により測定した。その結果を下記の表 1 に示した。また、得られた静電チャックを支持容器に嵌め込み、その冷却時間を上記した評価方法により測定した。その結果を下記の表 1 に示した。

(比較例 4)

- 10 焼成温度を 1600℃とし、加圧を行わなかった以外は、実施例 1 と同様にして静電チャックを製造した。

得られた静電チャックのセラミック基板の耐電圧、熱伝導率、反り量、酸素含有量、リーク量、破壊靱性値を上記した評価方法により測定した。その結果を下記の表 1 に示した。また、得られた静電チャックを支持容器に嵌め込み、その冷却時間を上記した評価方法により測定した。その結果を下記の表 1 に示した。

- 15

(実施例 13)

300 kgf/cm<sup>2</sup> で加圧を行った以外は、実施例 1 と同様にして静電チャックを製造した。

- 20 得られた静電チャックのセラミック基板の耐電圧、熱伝導率、反り量、酸素含有量、リーク量、破壊靱性値を上記した評価方法により測定した。その結果を下記の表 1 に示した。また、得られた静電チャックを支持容器に嵌め込み、その冷却時間を上記した評価方法により測定した。その結果を下記の表 1 に示した。

表 1

	酸素 (重量%)	圧力 (kgf/cm <sup>2</sup> )	リーク量 (Pa・m <sup>3</sup> /sec)	耐電圧 (kV/mm)			熱伝導率 (W/mK)		破壊靱性値 (MPa・m <sup>1/2</sup> )	反り量 (μm)	冷却時間 (秒)
				25℃	200℃	450℃	25℃	450℃			
実施例1	1.6	150	1×10 <sup>-9</sup>	15	10	8	175	87	3.8	2	30
実施例2	1.6	100	3×10 <sup>-9</sup>	15	10	8	175	87	3.7	2	30
実施例3	1.6	80	5×10 <sup>-9</sup>	14	10	7	170	85	3.7	3	28
実施例4	1.6	70	8×10 <sup>-9</sup>	14	5	3	170	85	3.7	5	30
実施例5	1.6	50	8×10 <sup>-9</sup>	13	5	2	170	85	3.7	5	32
実施例6	1.6	0	8×10 <sup>-8</sup>	10	5	1	160	80	3.0	5	35
実施例7	1.6	200	1×10 <sup>-10</sup>	20	15	10	180	90	3.5	1	25
実施例8	1.6	200	1×10 <sup>-10</sup>	20	15	10	180	90	3.5	1	25
実施例9	1.6	200	1×10 <sup>-10</sup>	20	15	10	180	90	3.5	1	25
実施例10	1.6	200	1×10 <sup>-10</sup>	20	15	10	180	90	3.5	1	25
実施例11	1.6	200	1×10 <sup>-10</sup>	20	15	10	180	90	3.5	1	25
実施例12	2.5	200	2×10 <sup>-10</sup>	20	15	10	—	—	7.0	1	25
実施例13	1.6	300	8×10 <sup>-13</sup>	20	15	10	170	50	3.0	1	40
比較例1	1.6	150	8×10 <sup>-8</sup>	2	0.8	0.4	140	40	2.8	10	45
比較例2	<0.05	150	1×10 <sup>-8</sup>	2	0.5	0.1	140	40	2.8	10	45
比較例3	<0.05	200	5×10 <sup>-8</sup>	2	0.6	0.3	140	40	2.8	10	50
比較例4	1.6	0	5×10 <sup>-6</sup>	2	0.5	0.1	140	40	2.8	10	60

表1に示した結果より明らかなように、実施例1～13に係る静電チャック、ウエハプローバを構成するセラミック基板では、ヘリウムリークディテクタで測

定したヘリウムのリーク量は、全て  $10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec}$  以下であるので、これらの耐電圧は大きな値を示し、昇温降温特性も良く、反り量も小さな値となっている。一方、比較例 1～4 の静電チャックを構成するセラミック基板では、いずれもヘリウムのリーク量は、 $10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec}$  を超えているので、これらの耐電圧はかなり小さく、昇温降温特性は悪く、反り量は大きくなっており、

5 以上の様に、本発明のセラミック基板は、ヘリウムリークディテクタによる測定で  $10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec}$  (He) 以下のリーク量となるように焼結されているので、高温での熱伝導率の低下量が少ない。また、高温での耐電圧も高い。また、反り量も小さい。また、冷却時間も短い。これは、冷媒に用いる気体がセラミックから抜けられないためであると考えている。

また、リーク量が  $10^{-13} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec}$  (He) 以下になると、逆に熱伝導率の低下量が大きくなり、また、破壊靱性値も低下する。この理由は明確ではないが、緻密化が進行しすぎると粒子境界の酸素がセラミック結晶中に拡散し、

15 結晶性を低下させ、また、粒子境界の障壁がなくなるため、クラックが伸展しやすくなると推定している。また、冷却速度も低下する。これは、気体がセラミック内部に浸透しないため、熱を奪うことができず、冷却速度が低下すると推定している。

## 20 産業上の利用可能性

以上説明のように、本発明のセラミック基板は、ヘリウムリークディテクタによる測定で、 $10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec}$  (He) 以下のリーク量となるように焼結されてなるので、昇温降温特性に優れ、高温耐電圧が大きく、かつ、反り量が小さく、半導体製造用の装置や検査用の装置として好適に用いることができる。

## 請求の範囲

1. セラミック基板の表面または内部に導電体が形成されてなるセラミック基板において、前記セラミック基板は、ヘリウムリークディテクタによる測定で
- 5  $0^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec} (\text{He})$  以下のリーク量であるセラミック基板。

THIS PAGE IS A COPY OF THE ORIGINAL DOCUMENT (USPTO)

10

15

20

25

图 1

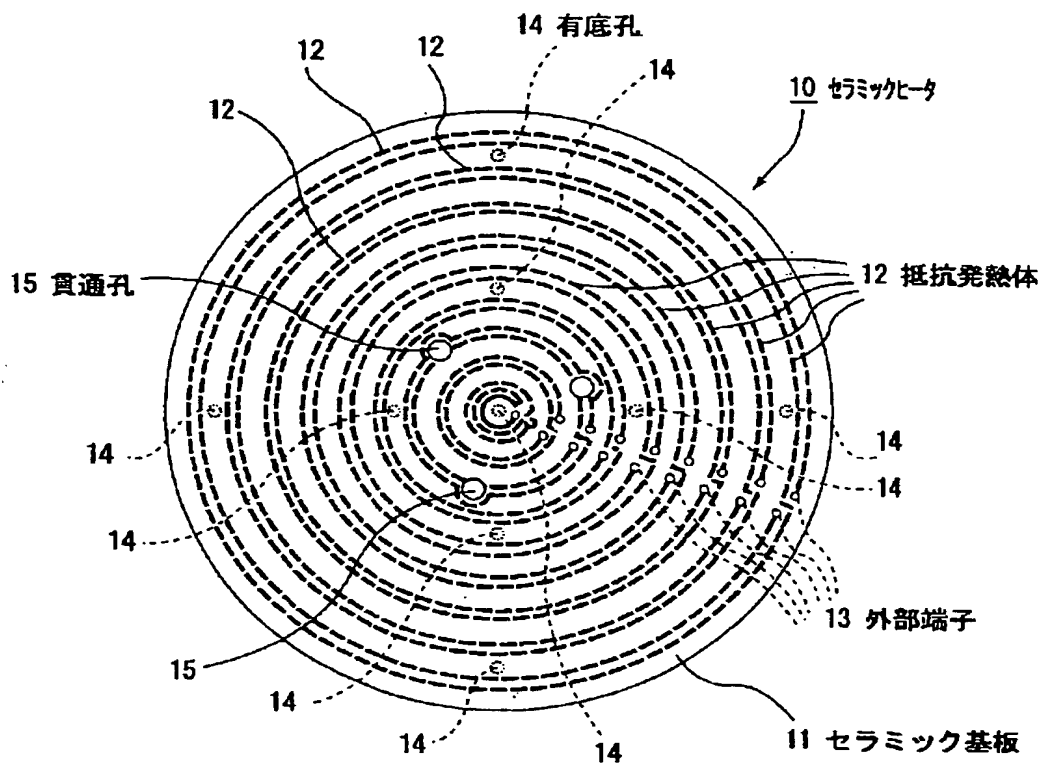
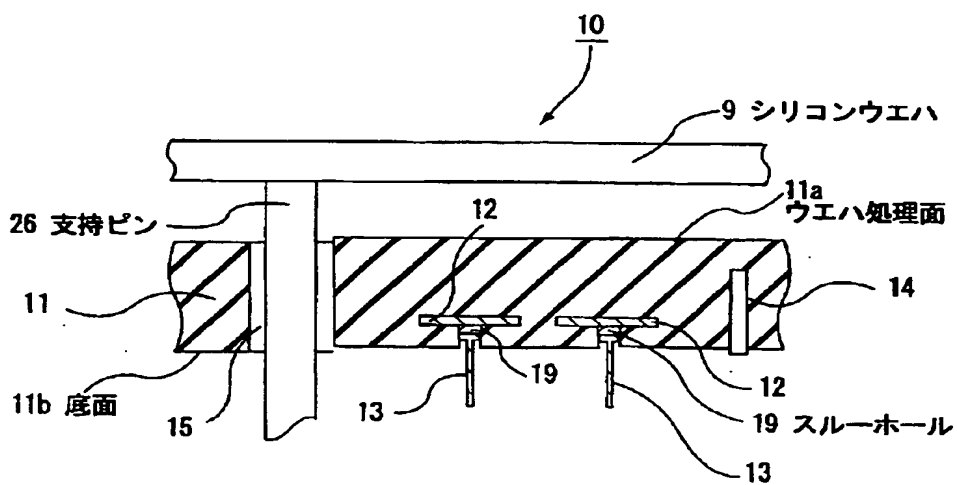


图 2



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



图 3

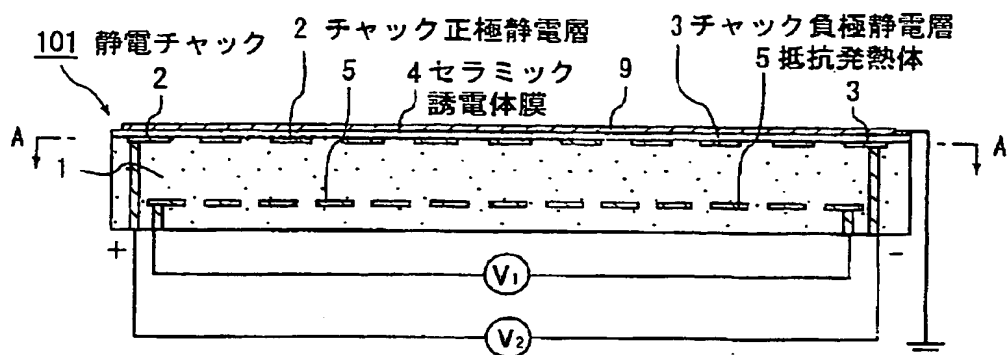
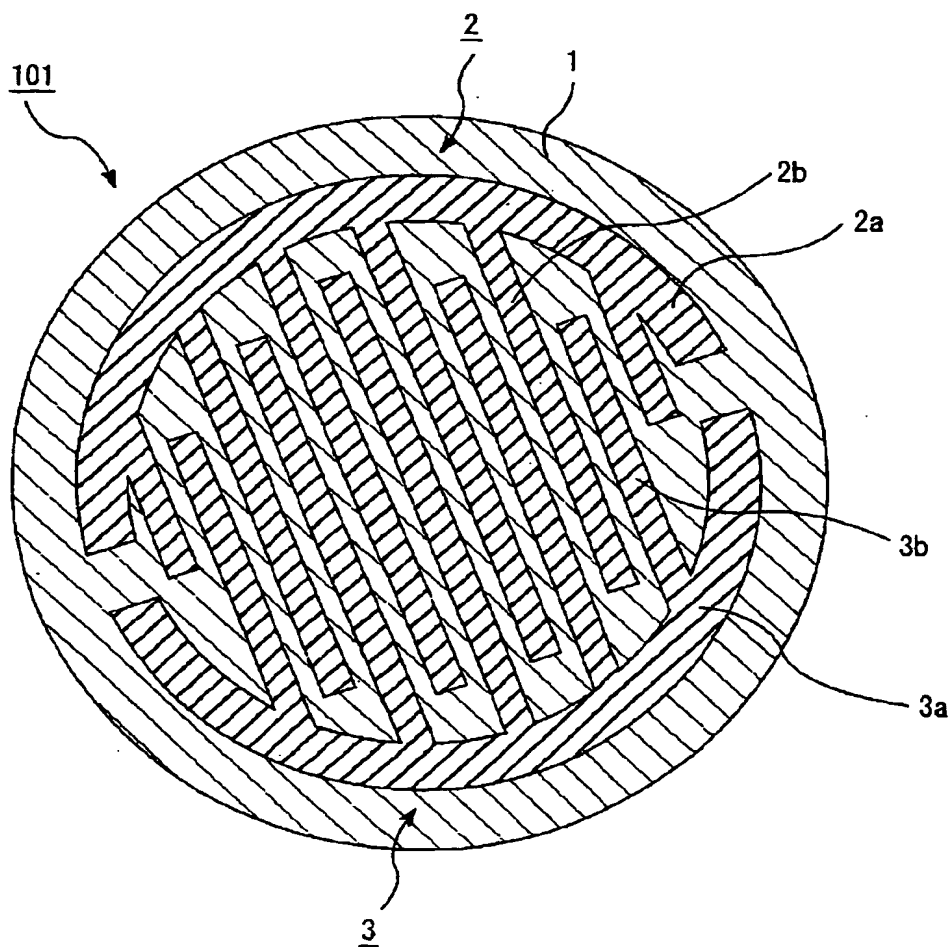


図 4



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

図 5

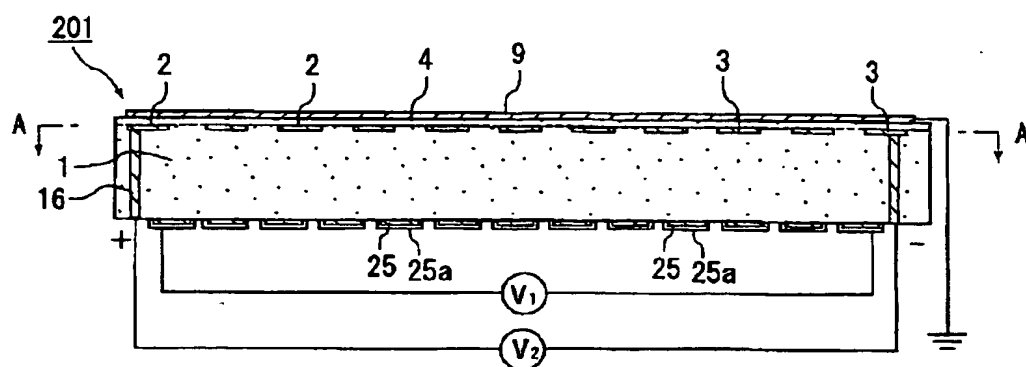


図 6

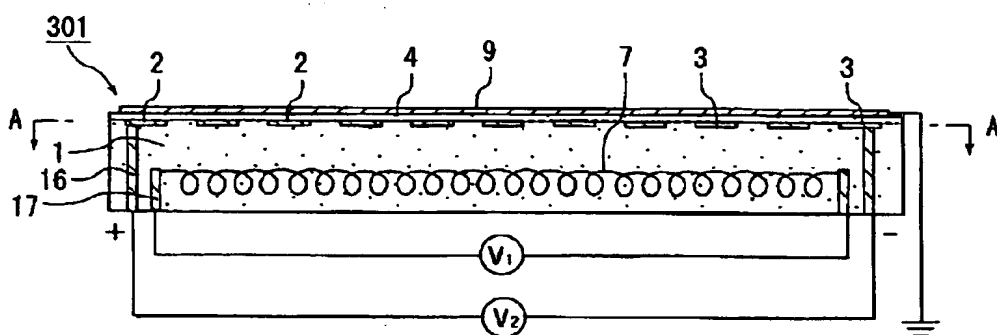
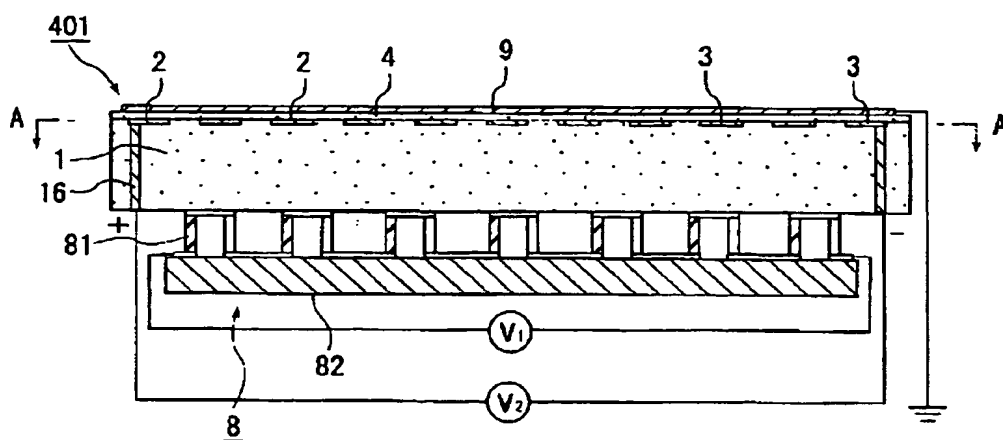
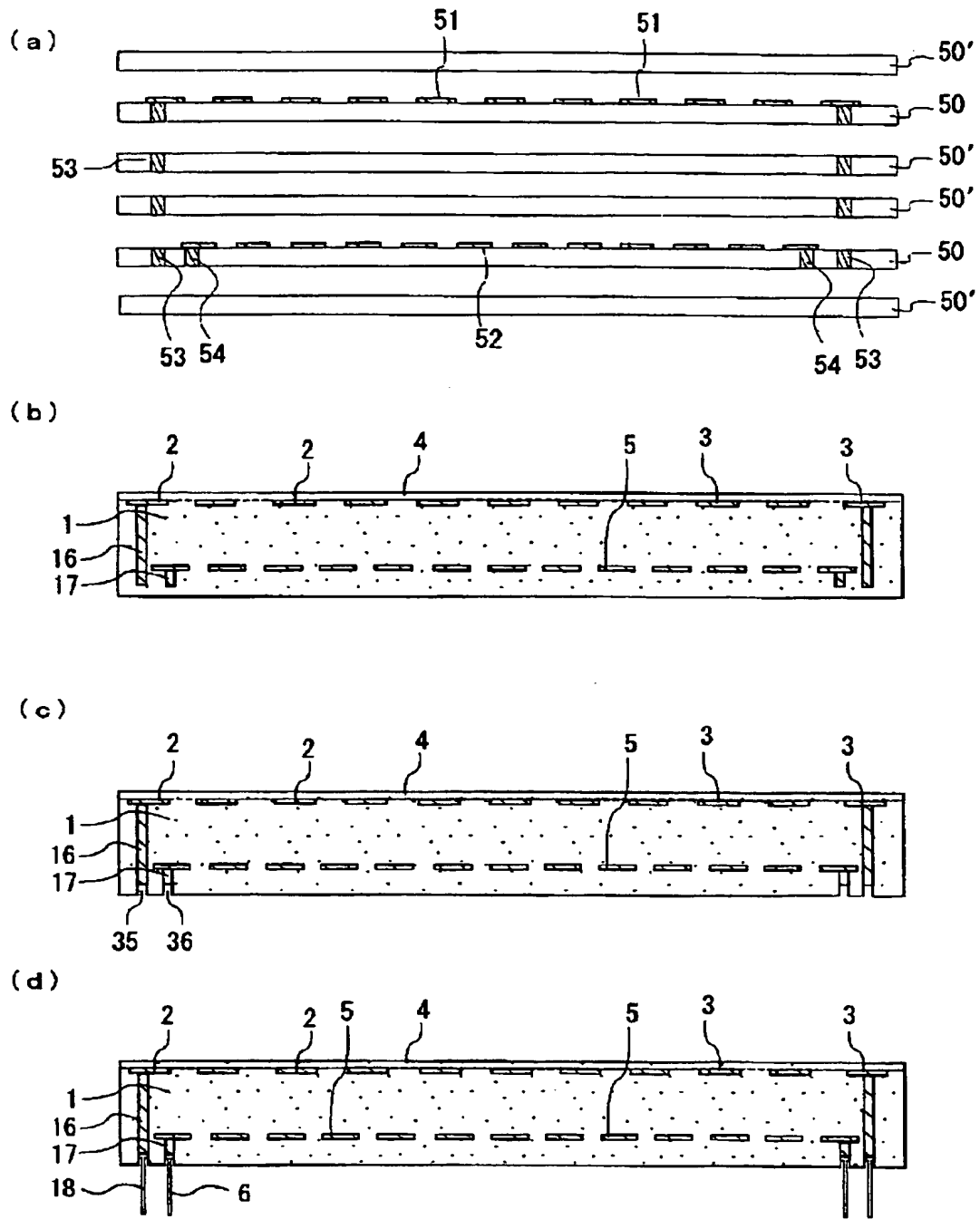


図 7



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

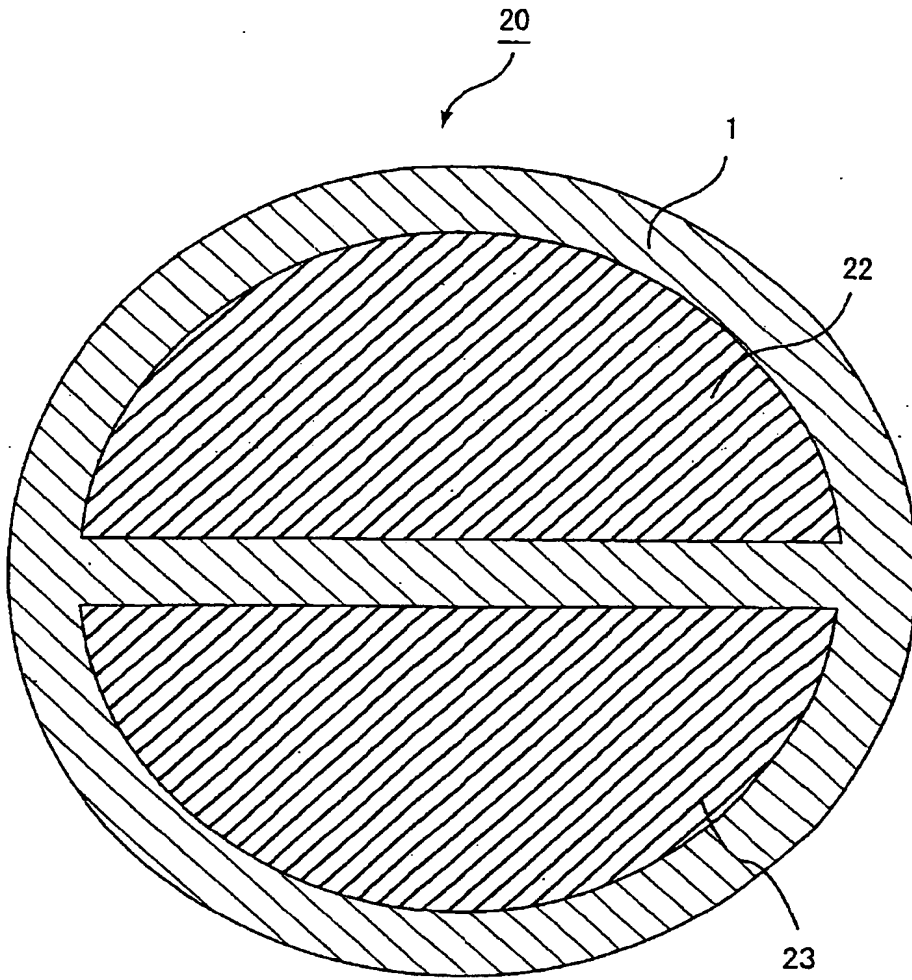
図 8



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

5 / 7

図 9



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



6 / 7

図 1 0

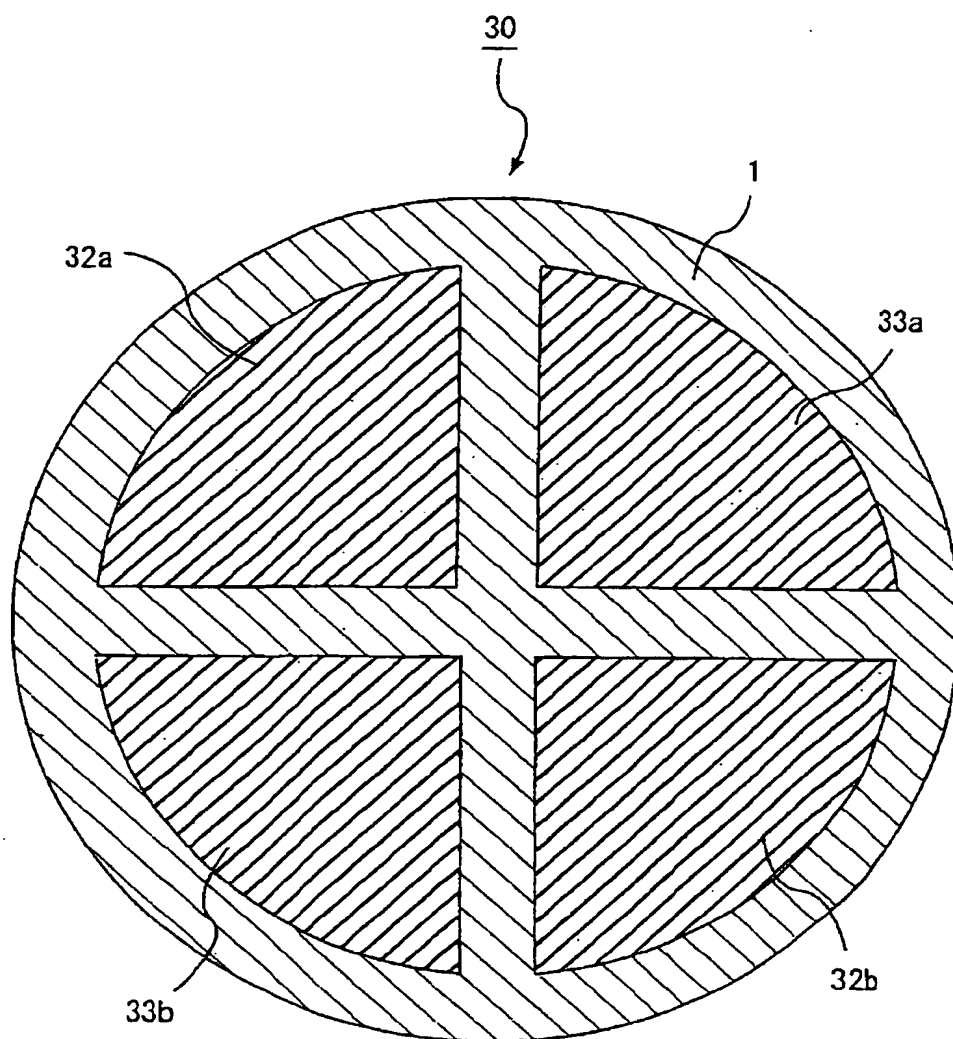
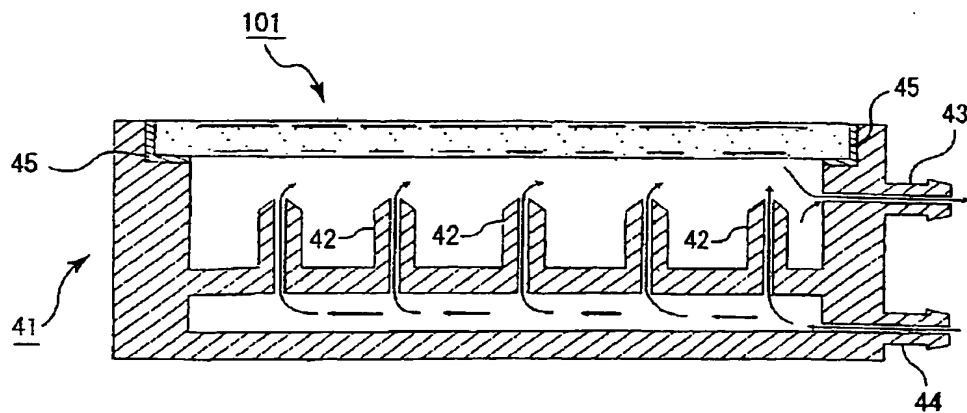


図 1 1



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

図 1 2

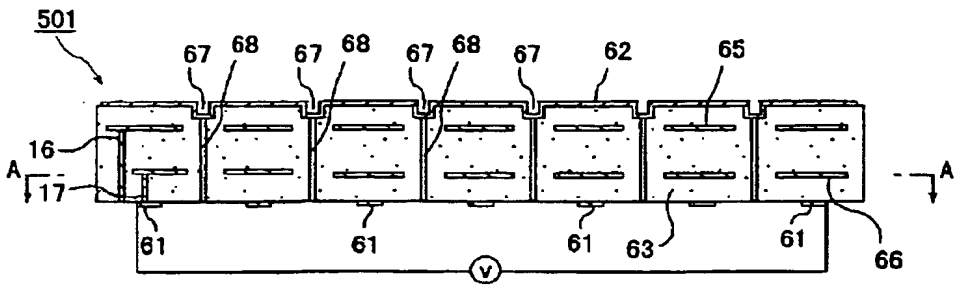
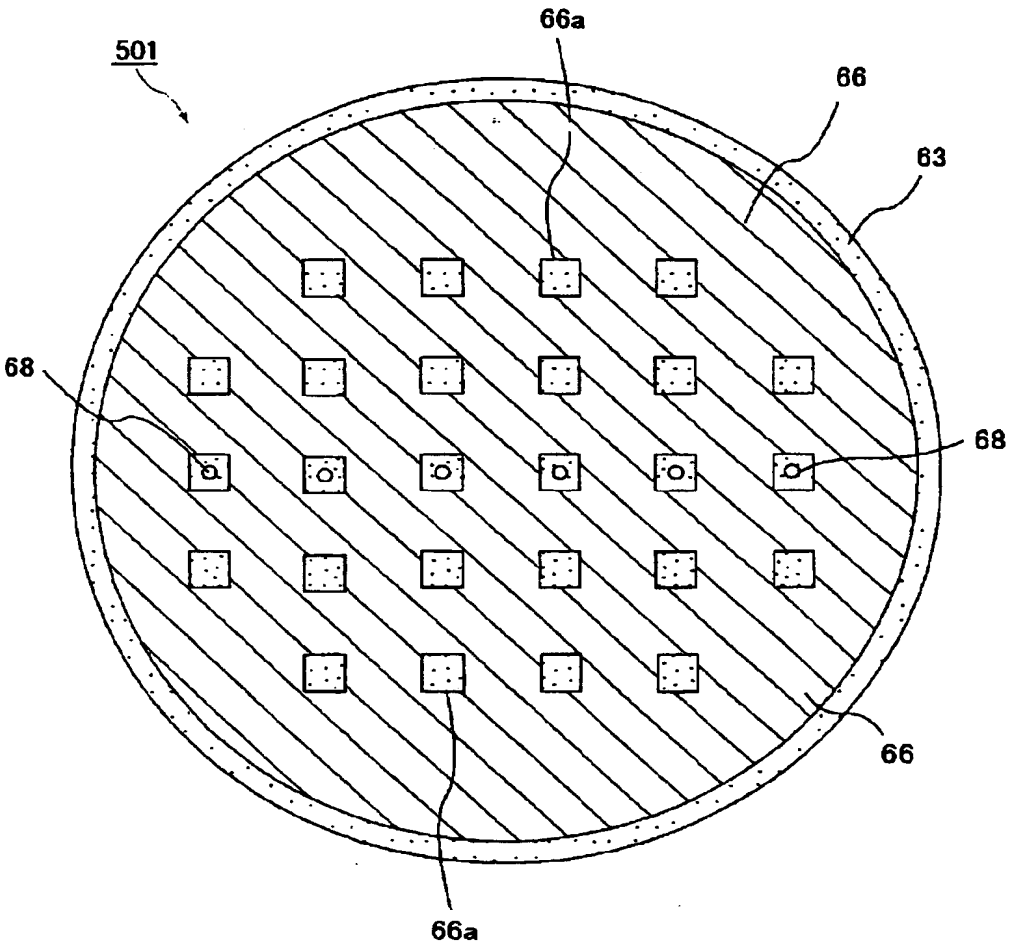


図 1 3



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/01941

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> C04B35/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> C04B35/00-599, H01L21/68, H01L23/15, H05B3/14

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched  
 Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2001  
 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP, 2000-63177, A (NGK INSULATORS, LTD.), 29 February, 2000 (29.02.00), Claims; Column 2, lines 32 to 33; Column 3, line 18 (Family: none)	1
X	JP, 11-343168, A (Kyocera Corporation), 14 December, 1999 (14.12.99), Par. Nos. [0026] to [0027] & DE, 19849340, A1	1
X	JP, 11-209171, A (Kyocera Corporation), 03 August, 1999 (03.08.99), Par. Nos. [0021] to [0023] & DE, 19849340, A1	1
X	JP, 6-219850, A (Asahi Glass Co., Ltd.), 09 August, 1994 (09.08.94), Par. No. [0022] (Family: none)	1

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search  
12 April, 2001 (12.04.01)

Date of mailing of the international search report  
24 April, 2001 (24.04.01)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C04B35/00

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C04B35/00-599, H01L21/68, H01L23/15, H05B3/14

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2001年

日本国登録実用新案公報 1994-2001年

日本国実用新案登録公報 1996-2001年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	JP, 2000-63177, A (日本碍子株式会社) 29. 2月. 2000 (29. 02. 00), 特許請求の範囲, 第2欄第32-33行, 第3欄第18行 (ファミリーなし)	1
X	JP, 11-343168, A (京セラ株式会社) 14. 12月. 1999 (14. 12. 99), 【0026】 - 【0027】 & DE, 19849340, A1	1
X	JP, 11-209171, A (京セラ株式会社) 3. 8月. 1999 (03. 08. 99), 【0021】 - 【0023】 & DE, 19849340, A1	1
X	JP, 6-219850, A (旭硝子株式会社) 9. 8月. 1994 (09. 08. 94), 【0022】 (ファミリーなし)	1

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

12. 04. 01

国際調査報告の発送日

24.04.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

三崎 仁



4T

8928

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



## PCT

## 国際調査報告

(法8条、法施行規則第40、41条)  
[PCT18条、PCT規則43、44]

出願人又は代理人 の書類記号 IB275WO	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220) 及び下記5を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JPO1/01941	国際出願日 (日.月.年) 13.03.01	優先日 (日.月.年) 13.03.00
出願人(氏名又は名称) イビデン株式会社		

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条(PCT18条)の規定に従い出願人に送付する。  
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 2 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

## 1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。

☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。

☐ この国際出願に含まれる書面による配列表

☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない(第I欄参照)。

3. ☐ 発明の単一性が欠如している(第II欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 第III欄に示されているように、法施行規則第47条(PCT規則38.2(b))の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から1カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、

第 \_\_\_\_\_ 図とする。 ☐ 出願人が示したとおりである。

☒ なし

☐ 出願人は図を示さなかった。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C04B35/00

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C04B35/00-599, H01L21/68, H01L23/15, H05B3/14

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2001年

日本国登録実用新案公報 1994-2001年

日本国実用新案登録公報 1996-2001年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	JP, 2000-63177, A (日本碍子株式会社) 29. 2月. 2000 (29. 02. 00), 特許請求の範囲, 第2欄第32-33行, 第3欄第18行 (ファミリーなし)	1
X	JP, 11-343168, A (京セラ株式会社) 14. 12月. 1999 (14. 12. 99), 【0026】 - 【0027】 & DE, 19849340, A1	1
X	JP, 11-209171, A (京セラ株式会社) 3. 8月. 1999 (03. 08. 99), 【0021】 - 【0023】 & DE, 19849340, A1	1
X	JP, 6-219850, A (旭硝子株式会社) 9. 8月. 1994 (09. 08. 94), 【0022】 (ファミリーなし)	1

☐ C欄の続きにも文献が列举されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

12. 04. 01

国際調査報告の発送日

24. 04. 01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

三崎 仁

4T

8928

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/01941

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl.<sup>7</sup> C04B35/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.<sup>7</sup> C04B35/00-599, H01L21/68, H01L23/15, H05B3/14

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1926-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2001
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2001	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP, 2000-63177, A (NGK INSULATORS, LTD.), 29 February, 2000 (29.02.00), Claims; Column 2, lines 32 to 33; Column 3, line 18 (Family: none)	1
X	JP, 11-343168, A (Kyocera Corporation), 14 December, 1999 (14.12.99), Par. Nos. [0026] to [0027] & DE, 19849340, A1	1
X	JP, 11-209171, A (Kyocera Corporation), 03 August, 1999 (03.08.99), Par. Nos. [0021] to [0023] & DE, 19849340, A1	1
X	JP, 6-219850, A (Asahi Glass Co., Ltd.), 09 August, 1994 (09.08.94), Par. No. [0022] (Family: none)	1

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
12 April, 2001 (12.04.01)Date of mailing of the international search report  
24 April, 2001 (24.04.01)Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**